

(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS  
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 952 736**

(51) Int. Cl.:

**C08G 65/32** (2006.01)  
**C08J 7/00** (2006.01)  
**C08G 75/00** (2006.01)  
**C08G 75/04** (2006.01)  
**C08L 81/00** (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- (86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.10.2016** **PCT/US2016/058628**  
(87) Fecha y número de publicación internacional: **04.05.2017** **WO17074919**  
(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.10.2016** **E 16794815 (7)**  
(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.08.2023** **EP 3368587**

---

(54) Título: **Selladores de politioéter inhibidores de la corrosión que no son cromato**

(30) Prioridad:

**26.10.2015 US 201514922316**

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**03.11.2023**

(73) Titular/es:

**PRC-DESOTO INTERNATIONAL, INC. (100.0%)**  
**12780 San Fernando Road**  
**Sylmar, California 91342, US**

(72) Inventor/es:

**VIRNELSON, BRUCE;**  
**STOTT, ADAM;**  
**MANION, SEAN;**  
**BERTINO, BRIAN y**  
**SRIVATSAN, NAGARAJAN**

(74) Agente/Representante:

**FERNÁNDEZ POU, Felipe**

**ES 2 952 736 T3**

---

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Selladores de politioéter inhibidores de la corrosión que no son cromato

5 Campo

La presente descripción se refiere a selladores de politioéter inhibidores de la corrosión que no son cromato. Las composiciones selladoras se basan en una química de tiol-epoxi curado con amina y contienen un inhibidor de la corrosión que no es cromato. Las composiciones son útiles en aplicaciones de selladores aeroespaciales.

10

Antecedentes

Los selladores aeroespaciales deben satisfacer exigentes requisitos mecánicos, químicos y ambientales. Los selladores aeroespaciales se pueden aplicar a una variedad de superficies, que incluyen superficies metálicas, recubrimientos de imprimación, recubrimientos intermedios, recubrimientos acabados y recubrimientos envejecidos. Los selladores que comprenden prepolímeros que contienen azufre que presentan resistencia al combustible, resistencia térmica y flexibilidad aceptables para aplicaciones aeroespaciales se describen, por ejemplo, en la patente de Estados Unidos núm. 6,172,179 y la solicitud internacional WO 99/24491 A1. En selladores tales como los descritos en las publicaciones de solicitud de Estados Unidos núm. 2006/0270796, 2007/0287810 y 2009/0326167, un prepolímero que contiene azufre, tal como un prepolímero de politioéter terminado en tiol, se puede hacer reaccionar con un agente de curado de poliepóxido en presencia de un catalizador de amina para proporcionar un producto curado. Estos sistemas son útiles como selladores y pueden cumplir con los exigentes requisitos de rendimiento de la industria aeroespacial. Además, se han descrito compuestos de resina epoxi de politioéter en el documento US 2008/224098 A1.

25

Para impartir resistencia a la corrosión, se puede añadir un cromato tal como compuestos de cromo hexavalente (cromo (VI)) o cromato de estroncio ( $\text{SrCrO}_4$ ) a una composición selladora. Aunque los cromatos pueden proporcionar una excelente resistencia a la corrosión a las superficies de aluminio, los metales pesados son tóxicos. Por lo tanto, es muy conveniente desarrollar inhibidores de la corrosión que no son cromato alternativos para su uso en aplicaciones de selladores aeroespaciales.

30

Los selladores inhibidores de la corrosión deben proporcionar las siguientes funciones: (1) salida rápida del polímero y pasivación del metal a corto plazo; (2) pasivación por adsorción de la superficie del metal y alteración de la carga espacial de doble capa; (3) formación de una capa de pasivación insoluble en agua que persiste o permanece insoluble en entornos neutros, alcalinos y ácidos; (4) pasivación por control de pH o neutralización de ácido en la interfaz metal/electrolito; y (5) transporte fuera de la matriz polimérica sobre áreas adyacentes expuestas de metal desnudo en un entorno húmedo pero no sumergido en líquido.

40

Los ejemplos de inhibidores de la corrosión que no son cromato se describen en la patente de Estados Unidos núm. 5,917,747 y en la patente de Estados Unidos núm. 6,059,867.

45

La patente de Estados Unidos núm. 5,917,747 describe inhibidores de la corrosión que no son cromato para composiciones selladoras a base de epoxi/politioéter que comprenden al menos un inhibidor seleccionado de un fosfato, un fosfatosilicato y un silicato, y al menos un inhibidor seleccionado de un titanato y una sal de zinc. Más particularmente, un inhibidor de la corrosión que no es cromato puede comprender un borato tal como ácido bórico, un succinato que contiene azufre tal como ácido (2-benzotiazolilitio)succínico o una sal de amina del mismo, un fosfato tal como dihidrogenofosfato de calcio, un fosfatosilicato tal como fosfatosilicato de calcio, zinc y estroncio, un titanato tal como óxido de sodio y titanio y una sal de zinc tal como fosfato de zinc y/o cianamida de zinc. La patente de Estados Unidos núm. 5,917,747 no describe ninguna de las propiedades de un sellador curado importantes para aplicaciones de selladores aeroespaciales tales como adhesión, resistencia a la tracción, elongación y resistencia al combustible.

50

La patente de Estados Unidos núm. 6,059,867 describe inhibidores de la corrosión que no son cromato que comprenden al menos un compuesto seleccionado de ácido bórico y sales de ácido bórico, monohidrogenofosfato de dipotasio, dihidrogenofosfato de calcio, dihidrogenofosfato de amonio, dihidrogenofosfato de sodio, dihidrogenofosfato de potasio, pirofosfato de sodio, fosfatosilicato de estroncio y calcio, fosfatosilicato de calcio, estroncio y zinc y ortosilicato de tetrasodio; y (b) al menos un compuesto seleccionado de óxido de sodio y titanio, un compuesto de zinc inorgánico tal como borato de zinc y un compuesto orgánico de zinc. Las combinaciones específicas de inhibidores evaluadas incluyen uno o más de ácido bórico, dihidrogenofosfato de calcio, monohidrogenofosfato de dipotasio, pirofosfato de sodio, fosfatosilicato de calcio, estroncio o fosfatosilicato de calcio, estroncio y zinc, ortosilicato de tetrasodio, ácido (2-benzotiazolilitio)succínico, óxido de sodio y titanio, fosfato de zinc y cianamida de zinc. Las formulaciones solo se evaluaron para la corriente galvánica, la impedancia electroquímica, las pruebas de filiformes, las pruebas de aerosol salino y las pruebas de inmersión en intervalo de pH.

65

Sin embargo, no se han desarrollado o demostrado paquetes de inhibidores de la corrosión que no son cromato

para el uso con selladores de politioéter terminado en tiol curados con poliepóxido que sean efectivos como selladores aeroespaciales.

Resumen

- 5 Es conveniente proporcionar selladores aeroespaciales de politioéter curado con poliepóxido inhibidores de la corrosión que no son cromato.
- 10 De acuerdo con la presente invención, una composición comprende un prepolímero de politioéter terminado en tiol, un agente de curado de poliepóxido y un inhibidor de la corrosión que no es cromato.
- 15 De acuerdo con la presente invención, se proporciona un sellador curado preparado a partir de una composición de la invención que comprende un prepolímero de politioéter terminado en tiol, un agente de curado de poliepóxido y un inhibidor de la corrosión que no es cromato.
- 20 De acuerdo con la presente invención, un método para sellar una pieza comprende proporcionar una composición que comprende un prepolímero de politioéter terminado en tiol, un agente de curado de poliepóxido y un inhibidor de la corrosión que no es cromato; aplicar la composición a al menos una porción de una superficie de una pieza; y curar la composición aplicada para proporcionar una pieza sellada.
- 25 De acuerdo con la presente invención, un sistema de sellado comprende una primera parte que comprende un prepolímero de politioéter terminado en tiol; y una primera porción de un inhibidor de la corrosión que no es cromato; y una segunda parte que comprende un poliepóxido; y una segunda porción de un inhibidor de la corrosión que no es cromato.
- 30 De acuerdo con la presente invención, los inhibidores de la corrosión que no son cromato pueden comprender de 2 % en peso a 6 % en peso de borato de zinc; de 1 % en peso a 5 % en peso de ácido 2-benzotiazolilitiobutanodiico; de 35 % en peso a 70 % en peso de ortofosfato de zinc; de 20 % en peso a 50 % en peso de titanato de sodio; y de 3 % en peso a 8 % en peso de fosfato tricálcico, en donde el % en peso se basa en el peso total del inhibidor de la corrosión que no es cromato.
- 35 Descripción detallada
- 40 Para los propósitos de la siguiente descripción, se debe entender que las modalidades proporcionada por la presente descripción pueden asumir diversas variaciones alterativas y secuencias de etapas, excepto donde se especifique expresamente lo contrario. Además, excepto en los ejemplos, o donde se indique de cualquier otra manera, todos los números que expresan, por ejemplo, cantidades de ingredientes que se usan en la especificación y reivindicaciones se deben entender como modificados en todos los casos por el término "aproximadamente". En consecuencia, a menos que se indique lo contrario, los parámetros numéricos que se exponen en la siguiente especificación y las reivindicaciones adjuntas son aproximaciones que pueden variar en dependencia de las propiedades que se desean obtener. Por lo menos, y no como un intento de limitar la aplicación de la doctrina de los equivalentes al alcance de las reivindicaciones, cada parámetro numérico se debe al menos interpretar a la luz del número de dígitos significativos informados y mediante la aplicación de técnicas de redondeo habituales.
- 45 A pesar de que los intervalos y parámetros numéricos que exponen el amplio alcance de la invención son aproximaciones, los valores numéricos que se exponen en los ejemplos específicos se informan tan precisos como sea posible. Cualquier valor numérico, sin embargo, contiene necesariamente determinados errores inherentes como resultado de la desviación estándar encontrada en sus respectivas mediciones de prueba.
- 50 Además, debe entenderse que cualquier intervalo numérico enumerado en la presente descripción pretende incluir todos los subintervalos que se incluyen dentro del intervalo. Por ejemplo, un intervalo de "1 a 10" pretende incluir todos los subintervalos entre (y que incluyen) el valor mínimo enumerado de aproximadamente 1 y el valor máximo enumerado de aproximadamente 10, es decir, tener un valor mínimo igual a o mayor que aproximadamente 1 y un valor máximo de igual a o menor que aproximadamente 10. Además, en esta solicitud, el uso de "o" significa "y/o" a menos que se indique específicamente de cualquier otra manera, aunque "y/o" se puede usar explícitamente en ciertos casos.
- 55 Un guion ("-") que no está entre dos letras o símbolos se usa para indicar un punto de unión para un sustituyente o entre dos átomos. Por ejemplo, -CONH<sub>2</sub> se une a otro resto químico a través del átomo de carbono.
- 60 "Alcanodiilo" se refiere a un dirradical de un grupo hidrocarbonado acíclico saturado, de cadena lineal o ramificada, que tiene, por ejemplo, de 1 a 18 átomos de carbono (C<sub>1-18</sub>), de 1 a 14 átomos de carbono (C<sub>1-14</sub>), de

1 a 6 átomos de carbono (C<sub>1-6</sub>), de 1 a 4 átomos de carbono (C<sub>1-4</sub>) o de 1 a 3 átomos de (C<sub>1-3</sub>). Se apreciará que alcanodiilo ramificado tiene un mínimo de tres átomos de carbono. Un alcanodiilo puede ser alcanodiilo C<sub>2-14</sub>, alcanodiilo C<sub>2-10</sub>, alcanodiilo C<sub>2-8</sub>, alcanodiilo C<sub>2-6</sub>, alcanodiilo C<sub>2-4</sub> o alcanodiilo C<sub>2-3</sub>. Los ejemplos de grupos alcanodiilo incluyen metano-diilo (-CH<sub>2</sub>-), etano-1,2-diilo (-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-), propano-1,3-diilo e iso-propano-1,2-diilo (por ejemplo, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- y -CH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>-), butano-1,4-diilo (-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-), pentano-1,5-diilo (-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-), hexano-1,6-diilo (-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-), heptano-1,7-diilo, octano-1,8-diilo, nonano-1,9-diilo, decano-1,10-diilo, dodecano-1,12-diilo.

5 "Alcanocicloalcano" se refiere a un grupo hidrocarbonado saturado que tiene uno o más grupos cicloalquilo y/o grupos cicloalcanodiilo y uno o más grupos alquilo y/o alcanodiilo, donde cicloalquilo, cicloalcanodiilo, alquilo, y alcanodiilo se definen en la presente descripción. Cada grupo(s) cicloalquilo y/o cicloalcanodiilo puede ser de C<sub>3-6</sub>, C<sub>5-6</sub>, ciclohexilo o ciclohexanodiilo. Cada grupo alquilo y/o alcanodiilo puede ser C<sub>1-6</sub>, C<sub>1-4</sub>, C<sub>1-3</sub>, metilo, metanodiilo, etilo o etano-1,2-diilo. Un grupo alcanocicloalcano puede ser alcanocicloalcano C<sub>4-18</sub>, alcanocicloalcano C<sub>4-16</sub>, alcanocicloalcano C<sub>4-12</sub>, alcanocicloalcano C<sub>4-8</sub>, alcanocicloalcano C<sub>6-12</sub>, alcanocicloalcano C<sub>6-10</sub> o alcanocicloalcano C<sub>6-9</sub>. Los ejemplos de grupos alcanocicloalcano incluyen 1,1,3,3-tetrametilciclohexano y ciclohexilmetano.

10 20 "Alcanocicloalcanodiilo" se refiere a un dirradical de un grupo alcanocicloalcano. Un grupo alcanocicloalcanodiilo puede ser alcanocicloalcanodiilo C<sub>4-18</sub>, alcanocicloalcanodiilo C<sub>4-16</sub>, alcanocicloalcanodiilo C<sub>4-12</sub>, alcanocicloalcanodiilo C<sub>4-8</sub>, alcanocicloalcanodiilo C<sub>6-12</sub>, alcanocicloalcanodiilo C<sub>6-10</sub> o alcanocicloalcanodiilo C<sub>6-9</sub>. Los ejemplos de grupos alcanocicloalcanodiilo incluyen 1,1,3,3-tetrametilciclohexano-1,5-diilo y ciclohexilmetano-4,4'-diilo.

25 30 "Alcanoareno" se refiere a un grupo hidrocarburo que tiene uno o más grupos arilo y/o arenodiilo y uno o más grupos alquilo y/o alcanodiilo, donde arilo, arenodiilo, alquilo y alcanodiilo se definen aquí. Cada grupo(s) arilo y/o arenodiilo puede ser C<sub>6-12</sub>, C<sub>6-10</sub>, fenilo o bencenodiilo. Cada grupo alquilo y/o alcanodiilo puede ser C<sub>1-6</sub>, C<sub>1-4</sub>, C<sub>1-3</sub> o metilo, metanodiilo, etilo o etano-1,2-diilo. Un grupo alcanoareno puede ser alcanoareno C<sub>4-18</sub>, alcanoareno C<sub>4-16</sub>, alcanoareno C<sub>4-12</sub>, alcanoareno C<sub>4-8</sub>, alcanoareno C<sub>6-12</sub>, alcanoareno C<sub>6-10</sub> o alcanoareno C<sub>6-9</sub>. Los ejemplos de grupos alcanoareno incluyen difenil metano.

35 40 "Alcanoarenodiilo" se refiere a un dirradical de un grupo alcanoareno. Un grupo alcanoarenodiilo es alcanoarenodiilo C<sub>4-18</sub>, alcanoarenodiilo C<sub>4-16</sub>, alcanoarenodiilo C<sub>4-12</sub>, alcanoarenodiilo C<sub>4-8</sub>, alcanoarenodiilo C<sub>6-12</sub>, alcanoarenodiilo C<sub>6-10</sub> o alcanoarenodiilo C<sub>6-9</sub>. Los ejemplos de grupos alcanoarenodiilo incluyen difenilmetano-4,4'-diilo.

45 50 "Alquenilo" se refiere a un grupo (R)<sub>2</sub>C=C(R)<sub>2</sub>. Un grupo "alquenilo" tiene la estructura -C(R)=C(R)<sub>2</sub> donde el grupo alquenilo es un grupo terminal y está unido a una molécula más grande. En tales modalidades, cada R se puede seleccionar, por ejemplo, de hidrógeno y alquilo C<sub>1-3</sub>. Cada R puede ser hidrógeno y un grupo alquenilo puede tener la estructura -CH=CH<sub>2</sub>.

55 60 "Alcoxi" se refiere a un grupo -OR donde R es alquilo como se define en la presente descripción. Los ejemplos de grupos alcoxi incluyen metoxi, etoxi, n-propoxi, isopropoxi y n-butoxi. Un grupo alcoxi puede ser alcoxi C<sub>1-8</sub>, alcoxi C<sub>1-6</sub>, alcoxi C<sub>1-4</sub>, o alcoxi C<sub>1-3</sub>.

65 70 "Alquilo" se refiere a un monorradical de un grupo hidrocarburo saturado, acíclico de cadena lineal o ramificada que tiene, por ejemplo, de 1 a 20 átomos de carbono, de 1 a 10 átomos de carbono, de 1 a 6 átomos de carbono, de 1 a 4 átomos de carbono, o de 1 a 3 átomos de carbono. Se apreciará que un alquilo ramificado tiene un mínimo de tres átomos de carbono. Un grupo alquilo puede ser alquilo C<sub>2-6</sub>, alquilo C<sub>2-4</sub>, o alquilo C<sub>2-3</sub>. Los ejemplos de grupos alquilo incluyen metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, iso-butilo, terc-butilo, n-hexilo, n-decilo y tetradecilo. Un grupo alquilo puede ser alquilo C<sub>2-6</sub>, alquilo C<sub>2-4</sub>, o alquilo C<sub>2-3</sub>. Se apreciará que un alquilo ramificado tiene al menos tres átomos de carbono.

75 80 "Arenodiilo" se refiere a un grupo dirradical aromático monocíclico o policíclico. Los ejemplos de grupos arenodiilo incluyen bencenodiilo y naftalenodiilo. Un grupo arenodiilo puede ser arenodiilo C<sub>6-12</sub>, arenodiilo C<sub>6-10</sub>, arenodiilo C<sub>6-9</sub> o bencenodiilo.

85 90 Una "composición curable" se refiere a una composición que comprende al menos dos reactivos capaces de reaccionar para formar una composición curada. Por ejemplo, una composición curable puede comprender un prepolímero de politioéter terminado en tiol y un poliepóxido capaz de reaccionar para formar una red polimérica curada. Una composición curable puede incluir un catalizador para la reacción de curado y otros componentes tales como, por ejemplo, rellenos, pigmentos y promotores de adhesión. Una composición curable puede ser curable en condiciones ambientales tales como temperatura y humedad ambientales, o puede requerir exposición a temperatura elevada, humedad, u otra(s) condición(ones) para iniciar y/o acelerar la reacción de curado. Una composición curable se puede proporcionar inicialmente como una composición en dos partes que incluye un componente base y un componente acelerador. La composición base puede contener uno de los reactivos que participan en la reacción de curado tal como un prepolímero de politioéter terminado en tiol y la

composición aceleradora puede contener el otro reactivo tal como un poliepóxido. Los dos componentes se pueden mezclar poco antes de usar para proporcionar una composición curable. Una composición curable puede presentar una viscosidad adecuada para un método de aplicación particular. Por ejemplo, una composición selladora de Clase A, la cual es adecuada para aplicaciones con brocha, puede caracterizarse por una viscosidad de 0,1 Pa s (1 poise) a 500 Pa s (500 poise). Una composición selladora de Clase B, que es adecuada para aplicaciones de sellado de carenados de unión, puede caracterizarse por una viscosidad de 450 Pa s (4500 poise) a 2000 Pa s (20 000 poise). Una composición selladora de Clase C, la cual es adecuada para aplicaciones de sellado de empalmes, puede caracterizarse por una viscosidad de 50 Pa s (500 poise) a 450 Pa s (4500 poise). Después de que los dos componentes de un sistema de sellado se combinan y mezclan, la reacción de curado puede continuar y la viscosidad de la composición curable puede aumentar y, en algún momento, ya no será trabajable. El período de tiempo entre el momento en que los dos componentes se mezclan para formar la composición curable y el momento en que la composición curable ya no se puede aplicar razonable o prácticamente a una superficie para su propósito previsto se puede denominar como tiempo de trabajo. Como se puede apreciar, el tiempo de trabajo puede depender de un número de factores que incluyen, por ejemplo, la química del curado, el método de aplicación, y la temperatura. El tiempo de trabajo también se puede denominar como vida útil. Una vez aplicada una composición curable a una superficie (y durante la aplicación), la reacción de curado puede continuar para proporcionar una composición curada. Una composición curada desarrolla unas superficies libre de adherencia y se cura completamente durante un período de tiempo. Se puede considerar que una composición curable está curada cuando la superficie está libre de adherencia, o se puede considerar curada, por ejemplo, cuando la dureza Shore A de la superficie es 25A para un sellador de Clase C y de 30A para un sellador de Clase B.

"Cicloalcanodiilo" se refiere a un grupo hidrocarburo monocíclico o policíclico saturado dirradical. Un grupo cicloalcanodiilo puede ser cicloalcanodiilo C<sub>3-12</sub>, un cicloalcanodiilo C<sub>3-8</sub>, un cicloalcanodiilo C<sub>3-6</sub> o un cicloalcanodiilo C<sub>5-6</sub>. Los ejemplos de grupos cicloalcanodiilo incluyen ciclohexano-1,4-diilo, ciclohexano-1,3-diilo y ciclohexano-1,2-diilo.

"Cicloalquilo" se refiere a un grupo monorradical hidrocarbonado saturado monocíclico o policíclico. Un grupo cicloalquilo puede ser un cicloalquilo C<sub>3-12</sub>, un cicloalquilo C<sub>3-8</sub>, un cicloalquilo C<sub>3-6</sub>, o un cicloalquilo C<sub>5-6</sub>.

"Heteroalcanodiilo" se refiere a un grupo alcanodiilo en el que uno o más de los átomos de carbono están reemplazados por un heteroátomo, tal como N, O, S, o P. En un heteroalcanodiilo, el uno o más heteroátomos se pueden seleccionar de N y O.

"Heterocicloalcanodiilo" se refiere a un grupo cicloalcanodiilo en el que uno o más de los átomos de carbono están reemplazados por un heteroátomo, tal como N, O, S, o P. En un heterocicloalcanodiilo, uno o más heteroátomos se pueden seleccionar de N y O.

"Heteroarenodiilo" se refiere a un grupo arenodiilo en el cual uno o más de los átomos de carbono están reemplazados por un heteroátomo, tal como N, O, S, o P. En un heteroarenodiilo, uno o más heteroátomos se pueden seleccionar de N y O.

"Heterocicloalcanodiilo" se refiere a un grupo cicloalcanodiilo en el que uno o más de los átomos de carbono están reemplazados por un heteroátomo, tal como N, O, S, o P. En un heterocicloalcanodiilo, uno o más heteroátomos se pueden seleccionar de N y O.

Como se usa en la presente descripción, "polímero" se refiere a oligómeros, homopolímeros y copolímeros. A menos que se indique de cualquier otra manera, los pesos moleculares son pesos moleculares promedio en número para materiales poliméricos indicados como "M<sub>n</sub>" como se determina, por ejemplo, por cromatografía de filtración en gel mediante el uso de un estándar de poliestireno de una manera reconocida en la técnica. Un polímero también incluye un prepolímero. Un prepolímero tal como un prepolímero de politioéter terminado en tiol proporcionada por la presente descripción se puede combinar con un agente de curado para proporcionar una composición curable, la cual se puede curar para proporcionar una red polimérica curada.

"Sustituido" se refiere a un grupo en el cual uno o más átomos de hidrógeno se reemplazan, cada uno independientemente, con el mismo o diferente(s) sustituyente(s). Un sustituyente se puede seleccionar de halógeno, -S(O)<sub>2</sub>OH, -S(O)<sub>2</sub>, -SH, -SR donde R es un alquilo C<sub>1-6</sub>, -COOH, -NO<sub>2</sub>, -NR<sub>2</sub> donde cada R se selecciona independientemente de hidrógeno y alquilo C<sub>1-3</sub>, -CN, =O, alquilo C<sub>1-6</sub>, -CF<sub>3</sub>, -OH, fenilo, heteroalquilo C<sub>2-6</sub>, heteroarilo C<sub>5-6</sub>, alcoxi C<sub>1-6</sub> y -COR donde R es alquilo C<sub>1-6</sub>. Un sustituyente puede elegirse de -OH, -NH<sub>2</sub> y alquilo C<sub>1-3</sub>.

#### Composiciones

Las composiciones proporcionadas por la presente descripción pueden comprender un inhibidor de la corrosión que no es cromato, un prepolímero de politioéter terminado en tiol y un agente de curado de poliepóxido.

Para aplicaciones de selladores aeroespaciales, es conveniente que un sellador inhibidor de la corrosión que no es cromato prevenga o reduzca la corrosión de una superficie de sustrato subyacente después de la exposición al entorno ambiental y a los solventes y fluidos aeroespaciales. Por ejemplo, las aplicaciones de selladores aeroespaciales pueden requerir que un sellador proporcione una buena adhesión a una amplia variedad de

- 5 sustratos después de la exposición a solventes aeroespaciales a alta temperatura. Por ejemplo, los sustratos aeroespaciales incluyen aluminio Alodine® (MIL-C-5541), aluminio anodizado (AMS 2471), acero revestido de cadmio (QQ-P-416 (AMS 4130)), titanio (AMS 4911), magnesio (AMS 4376), imprimación epoxi (MIL-PRF-23377) y grafito-epoxi (AS4/3501-6). Las especificaciones que identifican las superficies de sustrato se refieren a las Especificaciones militares (MIL-C), las Especificaciones de rendimiento militar (MIL-PRF) o el Estándar de 10 materiales aeroespaciales (AMS) de la Sociedad de ingenieros automotrices (SAE). Ejemplos de solventes aeroespaciales relevantes incluyen Fluido de referencia de aviones a reacción (JRF) Tipo I (AMS 2629), agua salada (NaCl al 3 %), fluido hidráulico para aeronaves (MIL-PRF-83282) y aceite lubricante para aeronaves (MIL-PRF-7808 y MIL-PRF-23699). Las especificaciones de la prueba generalmente requieren que un sellador 15 presente una resistencia al desprendimiento de al menos 3,5 N/mm (20 pli) y una falla cohesiva del 100 % después de la inmersión del sustrato con el sellador curado aplicado en el solvente durante 2 días (48 horas) a una temperatura de 60 °C (140 °F).

La capacidad de un sellador para proporcionar resistencia a la corrosión se puede determinar por medición, por ejemplo, de la adhesión entre el sellador curado y el sustrato después de la exposición a varias condiciones de prueba aceleradas que involucran la inmersión en solvente a alta temperatura. La adhesión se puede determinar por medición de la resistencia al desprendimiento y el por ciento (%) de cohesión mediante el uso de un espécimen de prueba adecuado. Un sellador aplicado sobre un sustrato aeroespacial que presenta una resistencia al desprendimiento de al menos 13,8 N/cm<sup>2</sup> (20 psi) y una falla cohesiva del 100 % después de la exposición a condiciones de prueba aceleradas puede considerarse apropiado para aplicaciones aeroespaciales.

25 **Inhibidor de la corrosión que no es cromato**

Las composiciones proporcionadas por la presente descripción pueden contener un inhibidor de la corrosión que no es cromato.

30 Los inhibidores de la corrosión que no son cromato proporcionados por la presente descripción pueden comprender borato de zinc, ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico, ortofosfato de zinc, titanato de sodio y fosfato tricálcico.

35 Un inhibidor de la corrosión que no es cromato proporcionado por la presente descripción puede comprender de 2 % en peso a 6 % en peso de borato de zinc; de 1 % en peso a 5 % en peso de ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico; de 35 % en peso a 70 % en peso de ortofosfato de zinc; de 20 % en peso a 50 % en peso de titanato de sodio; y de 3 % en peso a 8 % en peso de fosfato tricálcico, donde el % en peso se basa en el peso total del inhibidor de la corrosión que no es cromato.

40 Un inhibidor de la corrosión que no es cromato proporcionado por la presente descripción puede comprender de 3 % en peso a 5 % en peso de borato de zinc; de 2 % en peso a 4 % en peso de ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico; de 40 % en peso a 60 % en peso de ortofosfato de zinc; de 25 % en peso a 45 % en peso de titanato de sodio; y de 4 % en peso a 7 % en peso de fosfato tricálcico, donde el % en peso se basa en el peso total del inhibidor de la corrosión que no es cromato.

45 Una composición curable proporcionada por la presente descripción puede comprender de 1 % en peso a 12 % en peso de un inhibidor de la corrosión que no es cromato, de 3 % en peso a 9 % en peso o de 5 % en peso a 7 % en peso de un inhibidor de la corrosión que no es cromato, donde el % en peso se basa en el peso total de la composición curable.

50 Una composición curable proporcionada por la presente descripción puede comprender de 0,05 % en peso a 0,5 % en peso de borato de zinc; de 0,05 % en peso a 0,4 % en peso de ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico; de 1 % en peso a 6 % en peso de ortofosfato de zinc; de 0,5 % en peso a 5 % en peso de titanato de sodio; y de 0,05 % en peso a 0,7 % en peso de fosfato tricálcico, donde el % en peso se basa en el peso total de la composición curable.

55 Una composición curable proporcionada por la presente descripción puede comprender de 0,15 % en peso a 0,35 % en peso de borato de zinc; de 0,1 % en peso a 0,3 % en peso de ácido (2-benzotiazoliltiobutanodioico; de 2,5 % en peso a 4,5 % en peso de ortofosfato de zinc; de 1 % en peso a 3 % en peso de titanato de sodio; y de 0,25 % en peso a 0,45 % en peso de fosfato tricálcico, donde el % en peso se basa en el peso total de la composición curable.

60 El mismo contenido de % en peso o similar de borato de zinc, ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico, ortofosfato de zinc, titanato de sodio y fosfato tricálcico puede estar presente en un sellador curado preparado mediante el uso de una composición curable proporcionada por la presente descripción.

Las composiciones proporcionadas por la presente descripción se pueden proporcionar como composiciones en dos partes que comprenden una composición base y una composición aceleradora. Una composición base puede comprender un prepolímero de politioéter terminado en tiol, un catalizador de amina, rellenos, promotores de adhesión y una porción de un inhibidor de la corrosión que no es cromato tal como, por ejemplo, ortofosfato

5 de zinc, titanato de sodio y fosfato tricálcico. Una composición aceleradora puede comprender un agente de curado de poliepóxido, rellenos, promotores de adhesión y una porción del inhibidor de la corrosión que no es cromato tal como, por ejemplo, borato de zinc y ácido 2-benzotiazolilitiobutanodioico.

10 Una composición base puede comprender de 40 % en peso a 80 % en peso de un prepolímero de politioéter terminado en tiol; de 1 % en peso a 7 % en peso de ortofosfato de zinc; de 0,5 % en peso a 5 % en peso de titanato de sodio; y de 0,1 % en peso a 0,7 % en peso de fosfato tricálcico, donde el % en peso se basa en el peso total de la composición base.

15 Una composición base puede comprender de 50 % en peso a 70 % en peso de un prepolímero de politioéter terminado en tiol; de 2 % en peso a 6 % en peso de ortofosfato de zinc; de 2 % en peso a 3 % en peso de titanato de sodio; y de 0,3 % en peso a 0,5 % en peso de fosfato tricálcico, donde el % en peso se basa en el peso total de la composición base.

20 Una composición aceleradora puede comprender de 30 % en peso a 60 % en peso de un poliepóxido; de 0,5 % en peso a 3,5 % en peso de borato de zinc; y de 0,5 % en peso a 3 % en peso de ácido 2-benzotiazolilitiobutanodioico, donde el % en peso se basa en el peso total de la composición base.

25 Una composición aceleradora puede comprender de 40 % en peso a 50 % en peso de un poliepóxido; de 1 % en peso a 2 % en peso de borato de zinc; y de 1 % en peso a 2 % en peso de ácido 2-benzotiazolilitiobutanodioico, donde el % en peso se basa en el peso total de la composición base.

30 Se pueden combinar y mezclar una composición base y una composición aceleradora para proporcionar una composición curable. Por ejemplo, se pueden combinar de 10 a 30 partes de una composición aceleradora con de 80 a 120 partes de una composición base; o se pueden combinar de 15 a 25 partes de una composición aceleradora con de 90 a 110 partes de una composición base para proporcionar una composición curable de la presente descripción, donde las partes se basan en el % en peso.

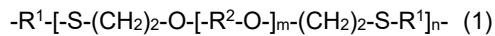
#### Prepolímeros de politioéter terminados en tiol

35 Las composiciones que incluyen composiciones curables proporcionadas por la presente descripción pueden incluir un prepolímero de politioéter terminado en tiol.

40 Un prepolímero de politioéter terminado en tiol puede comprender una mezcla de diferentes prepolímeros de politioéter terminados en tiol donde los diferentes prepolímeros de politioéter terminados en tiol pueden tener la misma funcionalidad o una diferente. Un prepolímero de politioéter terminado en tiol puede tener una funcionalidad promedio de 2 a 6, de 2 a 4, de 2 a 3, de 2,05 a 2,8. Por ejemplo, un prepolímero de politioéter terminado en tiol puede comprender un prepolímero de politioéter terminado en tiol difuncional, un prepolímero de politioéter terminado en tiol trifuncional o una de sus combinaciones.

45 Los ejemplos de prepolímeros de politioéter terminados en tiol adecuados se describen, por ejemplo, en la patente de Estados Unidos núm. 6,172,179. Un prepolímero de politioéter terminado en tiol comprende Permapol®P3.1E, disponible de PRC-DeSoto International Inc., Sylmar, CA. Los prepolímeros de politioéter terminados en tiol pueden ser líquidos a temperatura ambiente y presentar una temperatura de transición vítrea Tg menor que -50 °C, menor que -55 °C o menor que -60 °C según se determina, por ejemplo, mediante el uso de AMS 3267 (4.5.4.7) (Especificación de materiales aeroespaciales), MIL-S-8802E (3.3.12) (Especificación militar), MIL-S-29574 o ASTM D522-88 (Sociedad estadounidense para pruebas y materiales). Los prepolímeros de politioéter terminados en tiol presentan un peso molecular promedio en número que varía de 500 Dalton a 20 000 Dalton, de 2000 Dalton a 5000 Dalton o de 3000 Dalton a 4000 Dalton.

55 Un prepolímero de politioéter terminado en tiol puede comprender un prepolímero de politioéter que tiene una cadena principal que comprende la estructura de Fórmula (1):



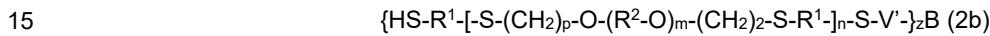
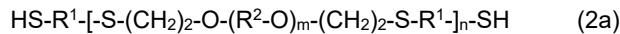
60 en donde,

cada R<sup>1</sup> se selecciona independientemente de un grupo n-alcanodiilo C<sub>2-10</sub>, un grupo alcanodiilo C<sub>3-6</sub> ramificado, un grupo cicloalcanodiilo C<sub>6-8</sub>, un grupo alcanocicloalcanodiilo C<sub>6-10</sub>, un grupo heterocíclico, un grupo  $[-(CHR^3)_p-X]_q-(CHR^3)_r$ , en donde cada R<sup>3</sup> se selecciona de hidrógeno y metilo;

65 cada R<sup>2</sup> se selecciona independientemente de un grupo n-alcanodiilo C<sub>2-10</sub>, un grupo alcanodiilo C<sub>3-6</sub> ramificado, un grupo cicloalcanodiilo C<sub>6-8</sub>, un grupo alcanocicloalcanodiilo C<sub>6-14</sub>, un grupo heterocíclico y

un grupo  $-[(-CH_2)_p-X]_q-(CH_2)_r-$ ;  
 cada X se selecciona independientemente de O, S, -NH- y  $-N(-CH_3)-$ ;  
 m es un número entero de 0 a 50;  
 n es un número entero de 1 a 60;  
 5 p es un número entero de 2 a 6;  
 q es un número entero de 1 a 5; y  
 r es un número entero de 2 a 10.

10 Un prepolímero de politioéter terminado en tiol puede comprender un prepolímero de politioéter terminado en tiol seleccionado de un prepolímero de politioéter terminado en tiol de Fórmula (2a), un prepolímero de politioéter terminado en tiol de Fórmula (2b) o una de sus combinaciones:



donde,

20 cada  $R^1$  se selecciona independientemente de alkanodiilo  $C_{2-10}$ , cicloalcanodiilo  $C_{6-8}$ , alcanocicloalcanodiilo  $C_{6-14}$ , heterocicloalcanodiilo  $C_{5-8}$  y  $-[(-CHR^3)_p-X]_q-(CHR^3)_r-$ , en donde:

25 p es un número entero de 2 a 6;  
 q es un número entero de 1 a 5;  
 r es un número entero de 2 a 10;  
 cada  $R^3$  se selecciona independientemente de hidrógeno y metilo; y  
 cada X se selecciona independientemente de  $-O-$ ,  $-S-$  y  $-NR-$ , en donde

30 R se selecciona de hidrógeno y metilo;  
 cada  $R^2$  se selecciona independientemente de alkanodiilo  $C_{1-10}$ , cicloalcanodiilo  $C_{6-8}$ , alcanocicloalcanodiilo  $C_{6-14}$  y  $-[(-CHR^3)_p-X]_q-(CHR^3)_r-$ , en donde p, q, r,  $R^3$ , y X son como se definen para  $R^1$ ;  
 m es un número entero de 0 a 50;  
 n es un número entero de 1 a 60;  
 35 B representa un núcleo de un agente polifuncionalizante z-valente  $B(-V)_z$  en donde:  
 z es un número entero de 3 a 6; y  
 cada V es un grupo que comprende un grupo terminal reactivo con un grupo tiol; y

40 cada  $-V'$  se deriva de la reacción de  $-V$  con un tiol.

45 En prepolímeros de Fórmula (1), Fórmula (2a) y Fórmula (2b),  $R^1$  puede ser  $-[(-CH_2)_p-X]_q-(CH_2)_r-$ , donde p puede ser 2, X puede ser  $-O-$ , q puede ser 2, r puede ser 2,  $R^2$  puede ser etanodiilo, m puede ser 2 y n puede ser 9.

50 En prepolímeros de Fórmula (1), Fórmula (2a) y Fórmula (2b),  $R^1$  se puede seleccionar de alkanodiilo  $C_{2-6}$  y  $-[(-CHR^3)_p-X]_q-(CHR^3)_r-$ .

55 En prepolímeros de Fórmula (1), Fórmula (2a) y Fórmula (2b),  $R^1$  puede ser  $-[(-CHR^3)_p-X]_q-(CHR^3)_r$  donde X puede ser  $-O-$  o, X puede ser  $-S-$ .

60 En prepolímeros de Fórmula (1), Fórmula (2a) y Fórmula (2b),  $R^1$  puede ser  $-[(-CHR^3)_{sp}-X]_q-(CHR^3)_r$ , p puede ser 2, r puede ser 2, q puede ser 1 y X puede ser  $-S-$ ; o p puede ser 2, q puede ser 2, r puede ser 2 y X puede ser  $-O-$ ; o p puede ser 2, r puede ser 2, q puede ser 1 y X puede ser  $-O-$ .

65 En los prepolímeros de Fórmula (1), Fórmula (2a) y Fórmula (2b),  $R^1$  puede ser  $-[(-CHR^3)_p-X]_q-(CHR^3)_r$ , cada  $R^3$  puede ser hidrógeno o al menos un  $R^3$  puede ser metilo.

70 En los prepolímeros de Fórmula (1), Fórmula (2a) y Fórmula (2b), cada  $R^1$  puede ser el mismo o al menos un  $R^1$  puede ser diferente.

75 Se pueden usar varios métodos para preparar tales prepolímeros de politioéter. Los ejemplos de prepolímeros de politioéter con tiol terminal adecuados, y los métodos para su producción, se describen, por ejemplo en la patente de Estados Unidos núm. 6,172,179. Tales prepolímeros de politioéteres terminados en tiol pueden ser difuncionales, es decir, prepolímeros lineales que tienen dos grupos tiol terminales, o polifuncionales, es decir, prepolímeros ramificados que tienen tres o más grupos tiol terminales. Los prepolímeros de politioéter con tiol terminal comprenden además una combinación de prepolímeros de politioéter con tiol terminal difuncionales y

polifuncionales. Los prepolímeros de politioéter terminados en tiol adecuados están disponibles comercialmente, por ejemplo, como Permapol® P3.1E, de PRC-DeSoto International Inc., Sylmar, CA.

5 Los politioéteres terminados en tiol adecuados se pueden producir mediante la reacción de un éter divinílico o mezclas de éteres divinílicos con un exceso de ditiol o una mezcla de ditioles. Por ejemplo, los ditioles adecuados para el uso en la preparación de prepolímeros de politioéter terminados en tiol incluyen aquellos de Fórmula (3), otros ditioles descritos en la presente descripción, o combinaciones de cualquiera de los ditioles descritos en la presente descripción.

10 Un ditiol puede tener la estructura de Fórmula (3):



en donde:

15  $\text{R}^1$  se selecciona de alcanodiilo  $\text{C}_{2-6}$ , cicloalcanodiilo  $\text{C}_{6-8}$ , alcanocicloalcanodiilo  $\text{C}_{6-10}$ , heterocicloalcanodiilo  $\text{C}_{5-8}$  y  $-[(\text{CHR}^3)_p\text{-X}]_q\text{-(CHR}^3)_r$ -, en donde:

20 cada  $\text{R}^3$  se selecciona independientemente de hidrógeno y metilo;  
cada  $\text{X}$  se selecciona independientemente de  $-\text{O}-$ ,  $-\text{S}-$ ,  $-\text{NH}-$  y  $-\text{N}(-\text{CH}_3)-$ ;  
 $p$  es un número entero de 2 a 6;  
 $q$  es un número entero de 1 a 5; y  
 $r$  es un número entero de 2 a 10.

25 En ditioles de Fórmula (3),  $\text{R}^1$  puede ser  $-[(\text{CHR}^3)_p\text{-X}]_q\text{-(CHR}^3)_r$ .

En ditioles de Fórmula (3),  $\text{X}$  se puede seleccionar de  $-\text{O}-$  y  $-\text{S}-$ , y por lo tanto  $-[(\text{CHR}^3)_p\text{-X}]_q\text{-(CHR}^3)_r$  en la Fórmula (3) es  $-[(\text{CHR}^3)_p\text{-O}]_q\text{-(CHR}^3)_r$  o  $-[(\text{CHR}^3)_p\text{-S}]_q\text{-(CHR}^3)_r$ .  $\text{P}$  y  $\text{r}$  pueden ser iguales, tal como, donde  $\text{p}$  y  $\text{r}$  son ambos dos.

En ditioles de Fórmula (3),  $\text{R}^1$  se puede seleccionar de alcanodiilo  $\text{C}_{2-6}$  y  $-[(\text{CHR}^3)_p\text{-X}]_q\text{-(CHR}^3)_r$ .

En los ditioles de Fórmula (3),  $\text{R}^1$  puede ser  $-[(\text{CHR}^3)_p\text{-X}]_q\text{-(CHR}^3)_r$  y  $\text{X}$  puede ser  $-\text{O}-$ ,  $\text{X}$  puede ser  $-\text{S}-$ .

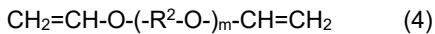
35 En ditioles de Fórmula (3),  $\text{R}^1$  puede ser  $-[(\text{CHR}^3)_p\text{-X}]_q\text{-(CHR}^3)_r$ ,  $\text{p}$  puede ser 2,  $\text{r}$  puede ser 2,  $\text{q}$  puede ser 1 y  $\text{X}$  puede ser  $-\text{S}-$ ; o  $\text{p}$  puede ser 2,  $\text{q}$  puede ser 2,  $\text{r}$  puede ser 2 y  $\text{X}$  puede ser  $-\text{O}-$ ; o  $\text{p}$  puede ser 2,  $\text{r}$  puede ser 2,  $\text{q}$  puede ser 1 y  $\text{X}$  puede ser  $-\text{O}-$ .

40 En ditioles de Fórmula (3),  $\text{R}^1$  puede ser  $-[(\text{CHR}^3)_p\text{-X}]_q\text{-(CHR}^3)_r$ , y cada  $\text{R}^3$  puede ser hidrógeno o al menos un  $\text{R}^3$  puede ser metilo.

45 Los ejemplos de ditioles adecuados incluyen 1,2-etanoditiol, 1,2-propanoditiol, 1,3-propanoditiol, 1,3-butanoditiol, 1,4-butanoditiol, 2,3-butanoditiol, 1,3-pantanoditiol, 1,5-pantanoditiol, 1,6-hexanoditiol, 1,3-dimercapto-3-metilbutano, dipentenodimercaptano, etilciclohexilditiol (ECHDT), dimercaptodietilsulfuro, dimercaptodietilsulfuro sustituido con metilo, dimercaptodietilsulfuro sustituido con dimetilo, dimercaptodioxaoctano, 1,5-dimercapto-3-oxapentano y una combinación de cualquiera de los anteriores. Un ditiol puede tener uno o más grupos colgantes seleccionados de un grupo alquilo inferior (por ejemplo,  $\text{C}_{1-6}$ ), un grupo alcoxi inferior y un grupo hidroxilo. Los grupos alquilo colgantes adecuados incluyen, por ejemplo, alquilo  $\text{C}_{1-6}$  lineal, alquilo  $\text{C}_{3-6}$  ramificado, ciclopentilo y ciclohexilo.

50 Otros ejemplos de ditioles adecuados incluyen dimercaptodietilsulfuro (DMDS) (en la Fórmula (3),  $\text{R}^1$  es  $-[(\text{CH}_2)_p\text{-X}]_q\text{-(CH}_2)_r$ , en donde  $\text{p}$  es 2,  $\text{r}$  es 2,  $\text{q}$  es 1 y  $\text{X}$  es  $-\text{S}-$ ); dimercaptodioxaoctano (DMDO) (en la Fórmula (3),  $\text{R}^1$  es  $-[(\text{CH}_2)_p\text{-X}]_q\text{-(CH}_2)_r$ , en donde  $\text{p}$  es 2,  $\text{q}$  es 2,  $\text{r}$  es 2 y  $\text{X}$  es  $-\text{O}-$ ); y 1,5-dimercapto-3-oxapentano (en la Fórmula (3),  $\text{R}^1$  es  $-[(\text{CH}_2)_p\text{-X}]_q\text{-(CH}_2)_r$ , en donde  $\text{p}$  es 2,  $\text{r}$  es 2,  $\text{q}$  es 1 y  $\text{X}$  es  $-\text{O}-$ ). También es posible usar ditioles que incluyen ambos heteroátomos en la cadena principal de carbono y grupos alquilo colgantes, tales como grupos metilo. Tales compuestos incluyen, por ejemplo, DMDS sustituido con metilo, tal como  $\text{HS-CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{-S-CH}_2\text{CH}_2\text{-SH}$ ,  $\text{HS-CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{-S-CH}_2\text{CH}_2\text{-SH}$  y DMDS sustituido con dimetilo, tal como  $\text{HS-CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{-S-CHCH}_3\text{CH}_2\text{-SH}$  y  $\text{HS-CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{-S-CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{-SH}$ .

60 Los éteres divinílicos adecuados para preparar prepolímeros de politioéteres terminados en tiol incluyen éteres divinílicos de Fórmula (4):



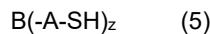
65 en donde  $\text{R}^2$  en la Fórmula (4) se selecciona de un grupo n-alcanodiilo  $\text{C}_{2-6}$ , un grupo alcanodiilo  $\text{C}_{3-6}$  ramificado,

un grupo cicloalcanodiilo C<sub>6-8</sub>, un grupo alcanocicloalcanodiilo C<sub>6-10</sub> y  $-[-(\text{CH}_2-)_p\text{O}-]_q[-(\text{CH}_2-)_r-$ , donde p es un número entero que varía de 2 a 6, q es un número entero de 1 a 5 y r es un número entero de 2 a 10. En un éter divinílico de Fórmula (4), R<sup>2</sup> es un grupo n-alianodiilo C<sub>2-6</sub>, un grupo alcanodiilo C<sub>3-6</sub> ramificado, un grupo cicloalcanodiilo C<sub>6-8</sub>, un grupo alcanocicloalcanodiilo C<sub>6-10</sub> o  $-[-(\text{CH}_2-)_p\text{O}-]_q[-(\text{CH}_2-)_r-$ .

- 5 Los éteres divinílicos adecuados incluyen, por ejemplo, compuestos que tienen al menos un grupo oxialcanodiilo, tal como de 1 a 4 grupos oxialcanodiilo, es decir, compuestos en los que m en la Fórmula (4) es un número entero de 1 a 4. M en la Fórmula (4) puede ser un número entero que varía de 2 a 4. Además, es posible emplear mezclas de éter divinílico disponibles comercialmente, que se caracterizan por un valor promedio no integral para el número de unidades de oxialcanodiilo por molécula. Por lo tanto, m en la Fórmula (4) también puede tomar valores numéricos racionales que van de 0 a 10,0, tal como de 1,0 a 10,0, de 1,0 a 4,0, o de 2,0 a 4,0.
- 10 Los ejemplos de éteres divinílicos adecuados incluyen, éter divinílico, éter divinílico de etilenglicol (EG-DVE) (R<sup>2</sup> en la Fórmula (4) es etanodiilo y m es 1), éter divinílico de butanodiol (BD-DVE) (R<sup>2</sup> en la Fórmula (4) es butanodiilo y m es 1), éter divinílico de hexanodiol (HD-DVE) (R<sup>2</sup> en la Fórmula (4) es hexanodiilo y m es 1), éter divinílico de dietilenglicol (DEG-DVE) (R<sup>2</sup> en la Fórmula (4) es etanodiilo y m es 2), éter divinílico de trietilenglicol (R<sup>2</sup> en la Fórmula (4) es etanodiilo y m es 3), éter divinílico de tetraetilenglicol (TEG-DVE) (R<sup>2</sup> en la Fórmula (4) es etanodiilo y m es 4), éter divinílico de ciclohexanodimetanol, éter divinílico de politetrahidrofurilo; monómeros de éter trivinílico, tales como éter trivinílico de trimetilpropano; monómeros de éter tetrafuncional, tales como éter trivinílico de pentaeritritol; y combinaciones de dos o más de tales monómeros de éter divinílico. Un éter divinílico puede tener uno o más grupos colgantes seleccionados de grupos alquilo, grupos hidroxilo, grupos alcoxi y grupos amino.
- 15 20 25 30 Los éteres divinílicos en los que R<sup>2</sup> en la Fórmula (4) es alianodiilo C<sub>3-6</sub> ramificado, pueden prepararse mediante la reacción de un compuesto polihidroxilado con acetileno. Ejemplos de éteres divinílicos de este tipo, incluyen compuestos en los que R<sup>2</sup> en la Fórmula (4) es un grupo metanodiilo sustituido con alquilo, tal como -CH(CH<sub>3</sub>)- (por ejemplo, mezclas Pluriol® tales como: éter divinílico Pluriol® E-200 (BASF Corp., Parsippany, NJ), para el cual R<sup>2</sup> en la Fórmula (4) es etanodiilo y m es 3,8) o un etanodiilo sustituido con alquilo (por ejemplo -CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)-, tal como mezclas poliméricas de DPE, que incluyen DPE-2 y DPE-3; International Specialty Products, Wayne, NJ).
- 35 Otros éteres divinílicos útiles incluyen compuestos en los que R<sup>2</sup> en la Fórmula (4) es politetrahidrofurilo (poli-THF) o polioxialcanodiilo, tales como los que tienen un promedio de aproximadamente 3 unidades monoméricas.
- 40 45 50 Un monómero de éter divinílico, puede comprender de 20 por ciento en moles a menos de 50 por ciento en moles de los reactivos que se usan para preparar un prepolímero de politioéter terminado en tiol, o de 30 por ciento en moles a menos de 50 por ciento en moles.
- 55 60 La reacción entre compuestos de ditiolas y éteres divinílicos se puede catalizar por un catalizador de radicales libres. Los catalizadores de radicales libres adecuados incluyen, por ejemplo, compuestos azo, por ejemplo azobisisnitrilos tales como azo(bis)isobutironitrilo (AIBN); peróxidos orgánicos tales como peróxido de benzoilo y peróxido de t-butilo; y peróxidos inorgánicos tales como el peróxido de hidrógeno. El catalizador puede ser, por ejemplo, un catalizador de radicales libres, un catalizador iónico, o radiación ultravioleta. El catalizador puede no comprender un compuesto ácido o básico, y puede no producir compuestos ácidos o básicos tras la descomposición. Los ejemplos de catalizadores de radicales libres incluyen un catalizador de tipo azo, tal como Vazo®-57 (Du Pont), Vazo®-64 (Du Pont), Vazo®-67 (Du Pont), V- 70® (Wako Specialty Chemicals) y V-65B® (Wako Specialty Chemicals). Los ejemplos de otros catalizadores de radicales libres incluyen peróxidos de alquilo, tales como peróxido de t-butilo. La reacción también se puede efectuar por irradiación con luz ultravioleta con o sin un resto fotoiniciador catiónico.
- 65 Los prepolímeros de politioéter terminados en tiol proporcionados por la presente descripción pueden prepararse mediante la combinación de al menos un ditiol de Fórmula (3) y al menos un éter divinílico de Fórmula (4) seguido de la adición de un catalizador apropiado, y llevar a cabo la reacción a una temperatura de 30 °C a 120

°C, tal como 70 °C a 90 °C, durante un tiempo de 2 horas a 24 horas, tal como 2 horas a 6 horas.

Los prepolímeros de politioéter terminados en tiol pueden comprender un prepolímero de politioéter polifuncional, es decir, pueden tener una funcionalidad promedio mayor que 2,0. Los prepolímeros de politioéter terminados en tiol polifuncionales adecuados incluyen, por ejemplo, aquellos que tienen la estructura de Fórmula (5):



en donde: (i) -A- comprende, por ejemplo, una estructura de Fórmula (1), (ii) B indica un resto z-valente de un agente polifuncionalizante; y (iii) z tiene un valor promedio superior a 2,0, y un valor entre 2 y 3, un valor entre 2 y 4, un valor entre 3 y 6, o puede ser un número entero de 3 a 6.

Un agente polifuncionalizante puede tener la estructura  $B(-V)_z$  donde B representa un núcleo del agente polifuncionalizante z-valente, z es un número entero de 3 a 6; y cada V es un grupo que comprende un grupo terminal reactivo con un grupo tiol. Un grupo reactivo con un grupo tiol puede ser un grupo alquenilo o un grupo epoxi.

Los agentes polifuncionalizantes adecuados para preparar prepolímeros de politioéter terminados en tiol polifuncionales pueden incluir agentes trifuncionalizantes, es decir, compuestos donde z es 3. Los agentes trifuncionalizantes adecuados, incluyen, por ejemplo, cianurato de trialilo (TAC), 1,2,3-propanotriol, tritoles que contienen isocianurato, y sus combinaciones, como se describe en la publicación de Estados Unidos núm. 2010/0010133. Otros agentes polifuncionalizantes útiles incluyen éter trivinílico de trimetilolpropano, y los politioles descritos en las patentes de Estados Unidos núms. 4,366,307; 4,609,762; y 5,225,472. Se pueden usar, además, mezclas de agentes polifuncionalizantes.

Como resultado, los prepolímeros de politioéteres terminados en tiol adecuados para el uso en composiciones proporcionadas por la presente descripción pueden tener un amplio intervalo de funcionalidad promedio. Por ejemplo, los agentes de trifuncionalización pueden proporcionar funcionalidades promedio de 2,05 a 3,0, tal como de 2,1 a 2,6. Pueden alcanzarse intervalos más amplios de funcionalidad promedio mediante el uso de agentes polifuncionalizantes tetrafuncionales o de mayor funcionalidad. La funcionalidad también puede verse afectada por factores tales como la estequiometría, como entenderán los expertos en la técnica.

Los prepolímeros de politioéter terminados en tiol que tienen una funcionalidad mayor que 2,0 pueden prepararse de manera similar a los prepolímeros de politioéter terminados en tiol difuncionales descritos en la publicación de solicitud de Estados Unidos núm. 2010/0010133. Los prepolímeros de politioéter pueden prepararse, por ejemplo, mediante la combinación de (i) uno o más ditiolas descritos en la presente descripción, con (ii) uno o más éteres divinílicos descritos en la presente descripción y (iii) uno o más agentes polifuncionalizantes. Despues la mezcla puede hacerse reaccionar, opcionalmente en presencia de un catalizador adecuado, para proporcionar un prepolímero de politioéter terminado en tiol que tiene una funcionalidad mayor que 2,0, tal como de 2,1 a 2,9.

Por lo tanto, un prepolímero de politioéter terminado en tiol puede comprender el producto de reacción de reactivos que comprende:

(a) un ditiol de la Fórmula (3):



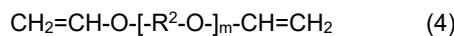
en donde:

$R^1$  se selecciona de alcanodiilo  $C_{2-6}$ , cicloalcanodiilo  $C_{6-8}$ , alcanocicloalcanodiilo  $C_{6-10}$ , heterocicloalcanodiilo  $C_{5-8}$  y  $-[(CHR^3)_p-X-]_q-(CHR^3)_r-$ ; en donde:

cada  $R^3$  se selecciona independientemente de hidrógeno y metilo;  
cada X se selecciona independientemente de  $-O-$ ,  $-S-$ ,  $-NH-$  y  $-N(-CH_3)-$ ;  
p es un número entero de 2 a 6;

q es un número entero de 1 a 5; y r es un número entero de 2 a 10; y

(b) un éter divinílico de Fórmula (4):



en donde:

cada  $R^2$  se selecciona independientemente de alcanodiilo  $C_{1-10}$ , cicloalcanodiilo  $C_{6-8}$ , alcanocicloalcanodiilo  $C_{6-14}$  y  $-[(CHR^3)_p-X-]_q-(CHR^3)_r-$ , en donde s, q, r,  $R^3$  y X son como se definieron anteriormente;

p es un número entero de 0 a 50;

n es un número entero de 1 a 60; y  
p es un número entero de 2 a 6.

5 Y, los reactivos pueden comprender además (c) un compuesto polifuncional tal como un compuesto polifuncional B(-V)<sub>z</sub>, donde B, -V y z son como se definen en la presente descripción.

10 Los prepolímeros de politioéter con tiol terminal proporcionados por la presente descripción, representan prepolímeros de politioéter con tiol terminal que tienen una distribución de peso molecular. Los prepolímeros de politioéter terminados en tiol adecuados pueden presentar un peso molecular promedio en número que varía de 500 Dalton a 20 000 Dalton, de 2000 Dalton a 5000 Dalton o de 3000 Dalton a 4000 Dalton. Los prepolímeros de politioéter terminados en tiol adecuados pueden presentar una polidispersidad (Mw/Mn; peso molecular promedio en peso/peso molecular promedio en número) que varía de 1 a 20 o de 1 a 5. La distribución 15 del peso molecular de los prepolímeros de politioéter con tiol terminal, se puede caracterizar por cromatografía de filtración en gel. Los politioéteres terminados en tiol proporcionados por la presente descripción pueden ser líquidos a temperatura ambiente y se pueden combinar y mezclar con aditivos tales como rellenos, promotores de adhesión, pigmentos, agentes de curado y/o un inhibidor de la corrosión que no es cromato para proporcionar una composición, composición curable o sellador proporcionado por la presente descripción.

20 Las composiciones proporcionadas por la presente descripción pueden comprender de 30 % en peso a 65 % en peso, de 35 % en peso a 60 % en peso, de 40 % en peso a 55 % en peso, o de 45 % en peso a 55 % en peso de un prepolímero de politioéter terminado en tiol o una combinación de prepolímeros de politioéter terminados en tiol, donde el % en peso se basa en el peso total de la composición.

25 Poliepóxido

30 Las composiciones que incluyen composiciones curables proporcionadas por la presente descripción pueden comprender un agente de curado de poliepóxido.

35 Los agentes de curado útiles en las composiciones proporcionadas por la presente descripción incluyen aquellos que son reactivos con los grupos terminales tiol del prepolímero de politioéter terminado en tiol.

40 Un agente de curado comprende un agente de curado de poliepóxido, por ejemplo, un epóxido que tiene dos o más grupos epoxi reactivos. Los ejemplos de poliepóxidos adecuados incluyen resinas de poliepóxido tales como diepóxido de hidantoína, éter diglicidílico de bisfenol-A, éter diglicidílico de bisfenol-F, epóxidos de tipo Novolac® 45 tales como DEN® 438 o DEN® 431 (Dow Chemical), ciertas resinas insaturadas epoxidadas, y combinaciones de cualquiera de los anteriores.

45 Un poliepóxido puede comprender un diepóxido tal como, por ejemplo, EPON® 828, DEN® 431 o una de sus combinaciones. La resina 828 EPON® (Momentive) se describe como una resina epoxi líquida derivada de bisfenol A/epiclorhidrina difuncional. DEN® 431 se describe como una resina epoxi novolaca que comprende el producto de reacción de epiclorhidrina y fenolformaldehído novolaca que tiene una funcionalidad epoxi promedio de 2,8. Otros ejemplos de resinas de poliepóxido adecuadas incluyen resinas de epóxido de bisfenol A, resinas de epóxido de bisfenol F, resinas de epóxido de bisfenol S, resinas de epóxido novolaca, resinas de epóxido alifáticas que incluyen resinas de epóxido de glicidilo y

50 45 Un poliepóxido puede comprender un epóxido polifuncional que contiene azufre, tal como se describe en la patente de Estados Unidos núm. 8,710,159.

55 Las composiciones curables proporcionadas por la presente descripción pueden comprender de 3 % en peso a 10 % en peso, de 4 % en peso a 9 % en peso, de 5 % en peso a 8 % en peso o de 6 % en peso a 7 % en peso de un poliepóxido o una combinación de poliepóxidos, donde el % en peso se basa en el peso total de la composición curable.

60 55 Un agente de curado de poliepóxido puede comprender un prepolímero con funcionalidad epoxi. Los ejemplos de prepolímeros terminados en epoxi adecuados incluyen los prepolímeros de politioéter terminados en epoxi descritos en la patente de Estados Unidos núm. 7,671,145 y la patente de Estados Unidos núm. 8,541,513. En general, cuando se usa como un agente de curado, un prepolímero terminado en epoxi tiene un peso molecular promedio en número menor que aproximadamente 2000 Dalton, menor que aproximadamente 1500 Dalton, menor que aproximadamente 1000 Dalton o menor que aproximadamente 500 Dalton. Por ejemplo, un prepolímero de politioéter terminado en epoxi puede tener un peso molecular promedio en número de 500 Dalton a 2000 Dalton o de 500 Dalton a 1000 Dalton. Un prepolímero terminado en epoxi puede prepararse mediante la reacción de un prepolímero de politioéter terminado en tiol proporcionado por la presente descripción con un compuesto que tiene un grupo epoxi (-CH(-O-CH<sub>2</sub>)) y un grupo reactivo con grupos tiol tal como un monoepoxi de fórmula (6):

65 R<sup>4</sup>-R<sup>5</sup>-CH(-O-CH<sub>2</sub>) (6)

donde R<sup>4</sup> comprende un grupo, distinto de un grupo epoxi, que es reactivo con un grupo tiol. R<sup>4</sup> puede derivarse de un grupo alquenilo o de una olefina conjugada con un grupo atractante de electrones, tal como acrilatos metacrilatos, acrilonitrilo y metacrilonitrilo. R<sup>5</sup> se puede seleccionar de un grupo alcanodiilo C<sub>2-10</sub> y un grupo alquienoxi C<sub>2-10</sub>.

- 5 Un poliepóxido también puede comprender una resina de poliepóxido a base de ácido polibásico. Las resinas de poliepóxido a base de ácido polibásico comprenden una cadena principal hidrófoba. La hidrofobicidad de la cadena principal puede impartir mayor adhesión y resistencia a la corrosión a las composiciones curadas que comprenden epoxis a base de ácido polibásico. La mayor hidrofobicidad puede reducir la penetración de gases y/o humedad a través del sellador curado y puede reducir la movilidad de los iones en la interfaz entre el sellador y la superficie a la que se aplica el sellador. Ambos atributos pueden dar como resultado una mayor resistencia a la corrosión. Por lo tanto, los epoxis a base de ácido polibásico adecuados pueden comprender una cadena principal hidrófoba. Los ejemplos de oligómeros caracterizados por cadenas principales hidrófobas incluyen, por ejemplo, ácidos grasos, lípidos, poliacrilatos, alquienos, etilenimina sustituida con alquilo, alquilacrilamidas, estirenos, éteres vinílicos, ésteres vinílicos y/o haluros de vinilo. Las composiciones de la presente descripción pueden comprender un epoxi a base de ácido polibásico. Los ácidos polibásicos son generalmente líquidos viscosos producidos por la oligomerización de ácidos grasos saturados y/o insaturados. Los átomos de carbono de las cadenas de ácidos grasos constituyentes se pueden unir entre sí en una variedad de formas para producir diferentes tipos estructurales tales como ácidos polibásicos cíclicos, monocíclicos, bicíclicos y aromáticos.
- 10 20 Además, dentro de cada tipo puede haber muchos isómeros estructurales. La distribución de los tipos estructurales y los isómeros puede depender, por ejemplo, del grado de saturación de los monómeros de ácidos grasos de partida y de las condiciones del proceso empleadas para la oligomerización. Los ejemplos de ácidos grasos saturados incluyen ácido hexadecanoico, ácido octadecanoico, ácido tetracosanoico. Los ejemplos de ácidos grasos monoinsaturados incluyen ácido hexadecenoico, ácido octadecenoico y ácido cis-tetracosenoico.
- 15 25 Los ejemplos de ácidos grasos poliinsaturados incluyen ácido hexadecadienoico, ácido octadecadienoico. Un monómero de ácido graso puede ser, por ejemplo, un ácido graso C<sub>4-60</sub>, que puede tener cualquier grado de saturación. Los epoxis a base de ácidos polibásicos de la presente descripción pueden derivarse de un ácido graso C<sub>18</sub>.
- 30 35 40 Las resinas de poliepóxido a base de ácido polibásico se describen en la publicación de solicitud de Estados Unidos núm. 2009/03261676. Los epoxis a base de ácido polibásico se pueden preparar mediante la reacción de un ácido polibásico con un poliepóxido. Un poliepóxido incorpora dos o más grupos epoxi. Puede usarse cualquier poliepóxido apropiado. Un poliepóxido a base de ácido polibásico puede tener dos grupos epoxi, tres grupos epoxi o más de tres grupos epoxi. El poliepóxido a base de ácido polibásico puede comprender un solo tipo de poliepóxido o una mezcla de poliepóxidos. Un poliepóxido puede comprender un poliepóxido, tal como un diepóxido, donde un epóxido se refiere a un subgénero de epoxis que contienen un éter cíclico de tres miembros saturado que tiene la estructura de Fórmula (7):



- 45 50 55 Los ejemplos de diepóxidos útiles para preparar poliepóxidos a base de ácido polibásico incluyen diepóxido de hidantoína, éteres diglicidílicos de bisfenol-A tales como EPON® 828 (disponible comercialmente de Resolution Performance Products, LLC), éteres diglicidílicos de bisfenol-F, epóxidos de tipo novolaca tales como DEN® 431 (disponible comercialmente de Dow Plastics), y resinas fenólicas insaturadas epoxidadas, ésteres de poliol acrílicos, ésteres de poliol metacrílicos y cianurato de triolilo. La estequiometría de los grupos ácidos de un ácido polibásico y los grupos epoxi del epoxi se pueden seleccionar para producir un epoxi a base de ácido polibásico que tiene grupos epoxi terminales capaces de reaccionar con los grupos tiol terminales de un prepolímero de politioéter. Por ejemplo, un mol de un prepolímero de politioéter de Fórmula (2a) puede reaccionar con 2 moles de un diepóxido y un mol de un prepolímero de politioéter trifuncional de Fórmula (2b) puede reaccionar con 6 moles de un diepóxido. Puede usarse cualquier método de reacción apropiado para formar un epóxido a base de ácido polibásico, por ejemplo, se puede producir un epóxido a base de ácido polibásico mediante la reacción de un ácido polibásico y un poliepóxido en presencia de un catalizador de feniilfosfina a una temperatura de 110 °C a 120 °C. Los ejemplos de poliepóxidos a base de ácido polibásico disponibles comercialmente incluyen Hypox® DA323 (Specialty Chemicals, Inc.), Epotuf® (Reichhold) y Heloxy® (Resolution Performance Products).

Catalizador de amina

- 60 65 Las composiciones que incluyen composiciones curables proporcionadas por la presente descripción pueden incluir un catalizador de amina. Por ejemplo, las composiciones curables proporcionadas por la presente descripción pueden incluir un catalizador de amina terciaria. Los ejemplos de catalizadores de amina terciaria adecuados incluyen N, N-dimetiletilanolamina (DMEA), trietilendiamina (TEDA), bis(2-dimetilaminoetil)éter (BDMEE), N-etilmorfolina, N', N'-dimetilpiperazina, N,N,N',N'-pentametil-dietilen-triamina (PMDETA), N, N-dimetilciclohexilamina (DMCHA), N, N-dimetilbencilamina (DMBA), N, N-dimetilcetilamina, N,N,N',N"-pentametil-dipropilen-triamina (PMDPTA), tritetilamina, 1-(2-hidroxipropil)imidazol, bicarbonato de 1,8-diazabiciclo[5.4.0]undec-7-eno (DBU), 1,4-diazabiciclo[2.2.2]octano (DABCO®) tal como DABCO® 33-LV (Air Products and Chemicals).

Los catalizadores de amina terciaria adecuados para el uso en las composiciones proporcionadas por la presente descripción incluyen aquellos particularmente adecuados para sistemas epóxido que incluyen, por ejemplo, dimetilaminometilfenol, 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol, sal del ácido 2-ethylhexanoico, imidazol, catalizadores basados en imidazol y combinaciones de cualquiera de los anteriores.

- 5 Las composiciones proporcionadas por la presente descripción pueden comprender 1,4-diazabiciclo[2.2.2]octano, 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol, imidazol o una combinación de cualquiera de los anteriores.
- 10 Las composiciones proporcionadas por la presente descripción pueden comprender de 0,01 % en peso a 0,2 % en peso tal como de 0,03 % en peso a 0,13 % en peso de un catalizador de amina terciaria o una combinación de catalizadores de amina terciaria, donde el % en peso se basa en el peso total de la composición curable. Las composiciones proporcionadas por la presente descripción pueden comprender de 0,05 % en peso a 1,5 % en peso tal como de 0,05 % en peso a 1 % en peso o de 0,05 % en peso a 0,5 % en peso de un catalizador de amina terciaria o una combinación de catalizadores de amina terciaria tales como 1,4-diazabiciclo[2.2.2]octano (DABCO®, 2,4,6-tris(dimetilaminometil)fenol (DMP-30) o imidazol, donde el % en peso se basa en el peso total de la composición curable.

#### Formulaciones selladoras

- 20 Los selladores no curados que se proporcionan mediante la presente descripción se pueden proporcionar como un sistema de dos partes que comprende un componente base y un componente acelerador que se pueden preparar y almacenar por separado, y combinar, y mezclar en el momento de su uso.
- 25 El componente o composición base puede comprender el prepolímero de politiíoéter terminado en tiol, un catalizador y una primera porción del inhibidor de la corrosión que no es cromato. El componente o composición aceleradora puede comprender el agente de curado de poliepóxido y una segunda porción del inhibidor de la corrosión que no es cromato. Las porciones primera y segunda pueden comprender diferentes componentes del inhibidor de la corrosión que no es cromato.

- 30 El componente base y el componente acelerador se pueden formular para que se vuelvan compatibles cuando se combinen de manera que los constituyentes de los componentes base y acelerador se puedan entremezclar y dispersar homogéneamente para proporcionar una composición selladora para aplicación a un sustrato. Los factores que afectan la compatibilidad de los componentes base y acelerador incluyen, por ejemplo, viscosidad, pH, densidad, y temperatura.

- 35 Las composiciones curables que se proporcionan mediante la presente descripción se pueden usar ventajosamente como selladores y, en particular, como selladores donde la flexibilidad a la baja temperatura y la resistencia al combustible son atributos convenientes. Por ejemplo, las composiciones curables se pueden usar como selladores aeroespaciales y de aviación. Un sellador se refiere una composición curable que tiene la capacidad cuando se cura de resistir condiciones atmosféricas, tales como humedad y temperatura, y bloquear al menos parcialmente la transmisión de materiales, tales como agua, vapor de agua, combustible, solventes, y/o líquidos y gases.

- 40 45 Las composiciones selladoras no curadas que se proporcionan mediante la presente descripción se pueden formular como adecuadas para una aplicación particular de sellador aeroespacial. Por ejemplo, las composiciones selladoras se pueden formular como selladoras aeroespaciales resistentes al combustible de Clase A, Clase B, o como Clase C.

- 50 55 Se puede formular un sellador de Clase A para el uso a temperaturas de servicio de -54 °C (-65 °F) a 121 °C (250 °F) con excursiones intermitentes a 135 °C (275 °F). Un sellador de Clase A se propone aplicarlo mediante cepillado y se puede usar, por ejemplo, como sujetadores de sellado con cepillo en tanques de combustible y otras aplicaciones de sellado de fuselaje de aeronaves. Un sellador de Clase A puede tener una viscosidad inicial de 0,1 Pa s (1 poise) a 50 Pa s (500 poise).

- 60 65 Se puede formular un sellador de Clase B para el uso a temperaturas de servicio de -54 °C a 121 °C (-65 °F a 250 °F) y se propone para el sellado de carenados de unión y otras aplicaciones de sellado de fuselaje de aeronaves. Un sellador de Clase B puede tener una viscosidad inicial de 450 Pa s (4500 poise) a 2000 Pa s (20 000 poise). Un sellador de Clase B se puede aplicar por extrusión, pistola de inyección, o espátula.

- Se puede formular un sellador de Clase C para el uso a temperaturas de servicio de -54 °C a 121 °C (-65 °F a 250 °F) y se propone para el sellado con brocha y por empalme de tanques de combustible y otras aplicaciones de sellado de fuselaje de aeronaves. Un sellador de Clase C puede tener una viscosidad inicial de 50 Pa s (500 poise) a 450 Pa s (4500 poise). Un sellador de Clase C se puede aplicar con cepillo, rodillo, espátula, o extrusión.

## Formulaciones

Las composiciones que se proporcionan mediante la presente descripción se pueden formular como selladores.

Por formulado se entiende que además de las especies reactivas que forman la red polimérica curada, se puede adicionar un material adicional a una composición para impartir las propiedades que se desean al sellador no curado y/o al sellador curado. Para el sellador no curado, estas propiedades pueden incluir viscosidad, pH y/o

5 reología. Para los selladores curados, estas propiedades pueden incluir peso, adhesión, resistencia a la corrosión, color, temperatura de transición vítrea, conductividad eléctrica, cohesión y/o propiedades físicas tales como resistencia a la tracción, elongación y dureza. Las composiciones que se proporcionan mediante la presente descripción pueden comprender uno o más componentes adicionales adecuados para usar en selladores aeroespaciales y depende al menos en parte de las características de rendimiento que se desean del sellador de curado bajo las condiciones de uso.

10 Las composiciones que se proporcionan mediante la presente descripción pueden comprender uno o más promotores de adhesión. La composición puede contener de 0,1 % en peso a 15 % en peso de un promotor de adhesión, menos de 5 % en peso, menos de 2 % en peso, o menos de 1 % en peso de un promotor de adhesión,

15 en base al peso en seco total de la composición. Los ejemplos de promotores de adhesión incluyen fenólicos, tales como la resina fenólica Methylon®, y órganosilanos, tales como los silanos con funcionalidad epoxi, mercapto o amino, que incluyen, por ejemplo, Silquest® A-187 y Silquest® A-1100. Otros promotores de adhesión útiles son conocidos en la técnica.

20 Los promotores de adhesión adecuados incluyen promotores de adhesión que contienen azufre tales como los descritos en las patentes de Estados Unidos núms. 8,513,339, 8,952,124 y 9,056,949; y la publicación de solicitud de Estados Unidos núm. 2014/0051789.

25 Las composiciones que se proporcionan mediante la presente descripción pueden comprender uno o más tipos diferentes de relleno. Los rellenos adecuados incluyen aquellos comúnmente conocidos en la técnica, que incluye los rellenos inorgánicos, tales como negro de humo y carbonato de calcio ( $CaCO_3$ ), sílice, polvos de polímero, y rellenos ligeros. Los ejemplos de rellenos eléctricamente no conductores incluyen materiales tales como, pero no se limitan a, carbonato de calcio, mica, poliamida, sílice pirogenada, polvo de tamiz molecular, microesferas, dióxido de titanio, tizas, negros alcalinos, celulosa, sulfuro de zinc, espato pesado, óxidos 30 alcalinotérreos, e hidróxidos alcalinotérreos. Una composición puede incluir 5 % en peso a 60 % en peso de un relleno o combinación de rellenos, 10 % en peso a 50 % en peso, o de 20 % en peso a 40 % en peso, en base al peso en seco total de la composición. Las composiciones que se proporcionan mediante la presente descripción pueden incluir además uno o más colorantes, agentes tixotrópicos, aceleradores, retardadores de fuego, promotores de adhesión, solventes, agentes de enmascaramiento, o una combinación de cualquiera de los 35 anteriores. Como se puede apreciar, los rellenos y aditivos que se emplean en una composición se pueden seleccionar para que sean compatibles entre sí, así como también con el componente polimérico, el agente de curado y el catalizador.

40 Las composiciones que se proporcionan mediante la presente descripción pueden incluir partículas de relleno de baja densidad. Las partículas de baja densidad, se refiere a partículas que tienen una gravedad específica de no más de 0,7, no más de 0,25, o no más de 0,1. Las partículas de relleno ligera adecuadas frecuentemente se dividen dentro de dos categorías: microesferas y partículas amorfas. La gravedad específica de las microesferas puede variar de 0,1 a 0,7 e incluye, por ejemplo, espuma de poliestireno, microesferas de poliacrilatos y poliolefinas, y microesferas de sílice que tienen tamaños de partículas que varían de 5 micras a 100 micras y una gravedad específica de 0,25 (Eccospheres®). Otros ejemplos incluyen microesferas de alúmina/sílice que tienen 45 tamaños de partículas en el intervalo de 5 a 300 micras y una gravedad específica de 0,7 (Fillite®), microesferas de silicato de aluminio que tienen un peso específico de aproximadamente 0,45 a aproximadamente 0,7 (Z-Light®), microesferas de copolímero de polivinilideno recubierto con carbonato de calcio que tienen una gravedad específica de 0,13 (Dualite® 6001AE) y microesferas de copolímero de acrilonitrilo recubierto con 50 carbonato de calcio tales como Dualite® E135, que tienen un tamaño promedio de partículas de aproximadamente 40 um y una densidad de 0,135 g/cc (Henkel). Los rellenos adecuados para disminuir la gravedad específica de la composición incluyen, por ejemplo, microesferas huecas tales como las microesferas Expancel® (disponibles de AkzoNobel) o las microesferas de polímero de baja densidad Dualite® (disponibles de Henkel). Las composiciones que se proporcionan mediante la presente descripción pueden incluir partículas de 55 relleno ligera que comprenden una superficie exterior recubierta con un recubrimiento delgado, tal como las descritas en la publicación de solicitud de Estados Unidos núm. 2010/0041839. Los rellenos ligeros adecuados también se describen en la patente de Estados Unidos núm. 6,525,168.

60 Una composición puede comprender menos de 2 % en peso de partículas ligera, menos de 1,5 % en peso, menos de 1,0 % en peso, menos de 0,8 % en peso, menos de 0,75 % en peso, menos de 0,7 % en peso, o menos de 0,5 % en peso de una composición, donde el % en peso se basa en el peso total de sólidos secos de la composición.

65 Una composición proporcionada por la presente descripción puede comprender rellenos de pesos ligeros que reducen la gravedad específica de la composición. Por ejemplo, una composición puede tener una gravedad específica de 0,8 a 1, 0,7 a 0,9, de 0,75 a 0,85, de 0,9 a 1,2, de 1,0 a 1,2, o aproximadamente 0,8 o

aproximadamente 1,1. Una composición puede tener una gravedad específica de 1,02 a 1,22, de 1,04 a 1,20, de 1,06 a 1,18, de 1,08 a 1,16, de 1,10 a 1,14 o de 1,11 a 1,13. La gravedad específica de una composición puede ser menos de aproximadamente 1,2, menos de aproximadamente 1,1, menos de aproximadamente 1,0, menos de aproximadamente 0,9, menos de aproximadamente 0,8, menos de aproximadamente 0,75, menos de aproximadamente 0,7, menos de aproximadamente 0,65, menos de aproximadamente 0,6, o menos de aproximadamente 0,55.

Una composición proporcionada por la presente descripción puede comprender un relleno eléctricamente conductor. La conductividad eléctrica y la eficacia de blindaje EMI/RFI se pueden impartir a una composición mediante la incorporación de materiales conductores. Los elementos conductores pueden incluir, por ejemplo, partículas metálicas o metalizadas, tejidos, mallas, fibras, y sus combinaciones. El metal puede estar en forma de, por ejemplo, filamentos, partículas, lámina, o esferas. Los ejemplos de los metales adecuados incluyen cobre, níquel, plata, aluminio, estaño, y acero. Otros materiales conductores que se pueden usar para impartir eficacia de blindaje EMI/RFI a las composiciones poliméricas incluyen partículas o fibras conductoras que comprenden carbono o grafito. También se pueden usar polímeros conductores tales como politiofenos, polipirroles, polianilina, polí(p-fenileno) vinílico, sulfuro de polifenileno, polifenileno, y poliacetileno.

Los rellenos eléctricamente conductores también incluyen materiales de alto intervalo de banda, tal como sulfuro de zinc y compuestos inorgánicos de bario.

Los rellenos que se usan para impartir conductividad eléctrica y eficacia de blindaje EMI/RFI para las composiciones poliméricas se conocen bien en la técnica. Los ejemplos de rellenos eléctricamente conductores incluyen además rellenos a base de metales nobles eléctricamente conductores tales como plata pura; metales nobles revestidos de metales nobles tales como oro revestido de plata; metales no nobles revestidos de metales nobles tales como cobre, níquel o aluminio revestidos de plata, por ejemplo, partículas de núcleo de aluminio revestidas de plata o partículas de cobre revestidas de platino; vidrio, plástico o cerámica revestidos de metales nobles tales como microesferas de vidrio revestidas de plata, aluminio revestido de metales nobles o microesferas de plástico revestidas de metales nobles; mica revestida de metales nobles; y otros rellenos conductores de metales nobles. También se pueden usar materiales a base de metales no nobles e incluyen, por ejemplo, metales no nobles revestidos de metales no nobles tales como partículas de hierro revestidas de cobre o cobre revestido de níquel; metales no nobles, por ejemplo, cobre, aluminio, níquel, cobalto; no metales revestidos de metales no nobles, por ejemplo, grafito revestido de níquel y materiales no metálicos tales como negro de humo y grafito. También se pueden usar combinaciones de rellenos eléctricamente conductores para cumplir con la conductividad que se desea, la efectividad del blindaje EMI/RFI, la dureza y otras propiedades adecuadas para una aplicación en particular.

La forma y el tamaño de los rellenos eléctricamente conductores que se usan en las composiciones de la presente descripción pueden ser de cualquier forma y tamaño apropiados para impartir efectividad del blindaje EMI/RFI a la composición curada. Por ejemplo, los rellenos pueden tener cualquier forma que se use generalmente en la fabricación de rellenos eléctricamente conductores, que incluyen esféricos, en láminas, en plaquetas, en partículas, en polvo, irregulares, de fibra. En ciertas composiciones selladoras de la descripción, una composición base puede comprender grafito revestido de Ni como una partícula, polvo o lámina. La cantidad de grafito revestido de Ni en una composición base puede variar de 40 % en peso a 80 % en peso, o puede variar de 50 % en peso a 70 % en peso, en base al peso total de la composición base. Un relleno eléctricamente conductor puede comprender fibra de Ni. La fibra de Ni puede tener un diámetro que varía de 10 µm a 50 µm y tiene una longitud que varía de 250 µm a 750 µm. Una composición base puede comprender, por ejemplo, una cantidad de fibra de Ni que varía de 2 % en peso a 10 % en peso, o de 4 % en peso a 8 % en peso, en base al peso total de la composición base.

Las fibras de carbono, particularmente las fibras de carbono grafitadas, también se pueden usar para impartir conductividad eléctrica a las composiciones selladoras. Las fibras de carbono formadas por métodos de pirólisis en fase de vapor y grafitadas por tratamiento térmico y que son huecas o sólidas con un diámetro de fibra que varía de 0,1 micras a varias micras, tienen una alta conductividad eléctrica. Como se describe en la patente de Estados Unidos núm. 6,184,280, las microfibras de carbono, los nanotubos o las fibrillas de carbono que tienen un diámetro exterior de menos de 0,1 µm a decenas de nanómetros se pueden usar como rellenos eléctricamente conductores. Un ejemplo de fibra de carbono grafitada adecuada para las composiciones conductoras de la presente descripción incluye Panex® 3OMF (Zoltek Companies, Inc., St. Louis, MO), una fibra redonda de 0,921 µm de diámetro que tiene una resistividad eléctrica de 0,00055 Ω-cm.

El tamaño de partícula promedio de un relleno eléctricamente conductor puede estar dentro de un intervalo útil para impartir conductividad eléctrica a una composición a base de polímero. Por ejemplo, el tamaño de partícula de uno o más rellenos puede variar de 0,25 µm a 250 µm, de 0,25 µm a 75 µm, o de 0,25 µm a 60 µm. Las composiciones de la presente descripción pueden comprender Ketjenblack® EC-600 JD (Akzo Nobel, Inc., Chicago, IL), un negro de humo eléctricamente conductor caracterizado por una absorción de yodo de 1000 mg/g a 11 500 mg/g (método de prueba J0/84-5), y un volumen de poro de 480 cm<sup>3</sup>/100 g a 510 cm<sup>3</sup>/100 g (absorción DBP, KTM 81-3504). Un relleno de negro de humo eléctricamente conductor puede comprender Black Pearls

2000 (Cabot Corporation, Boston, MA).

Se pueden usar polímeros eléctricamente conductores para impartir o modificar la conductividad eléctrica de las composiciones selladoras de la presente descripción. Se sabe que los polímeros que tienen átomos de azufre

5 incorporados en grupos aromáticos o dobles enlaces adyacentes, tal como en el sulfuro de polifenileno y el politiofeno, son eléctricamente conductores. Otros polímeros eléctricamente conductores incluyen, por ejemplo, los polipirroles, la polianilina, el polí(p-fenileno) vinileno y el poliacetileno. Además, los prepolímeros terminados en tiol pueden comprender grupos de azufre aromáticos y átomos de azufre con enlaces dobles conjugados adyacentes tales como grupos vinilciclohexeno-dimercaptodioxaoctano incorporados en la cadena principal del prepolímero terminado en tiol, para mejorar la conductividad eléctrica.

10 Las composiciones de la presente descripción pueden comprender más de un relleno eléctricamente conductor y el más de un relleno eléctricamente conductor puede ser de materiales y/o formas iguales o diferentes. Por ejemplo, una composición selladora puede comprender fibras de Ni eléctricamente conductoras y grafito revestido de Ni eléctricamente conductor en forma de polvo, partículas y/o láminas. La cantidad y el tipo de relleno eléctricamente conductor se pueden seleccionar para producir una composición selladora que, cuando se cura, presenta una resistencia de lámina (resistencia de cuatro puntos) de menos de 0,50 Ω/cm<sup>2</sup> o una resistencia de lámina de menos de 0,15 Ω/cm<sup>2</sup>. La cantidad y el tipo de relleno también se pueden seleccionar para proporcionar una efectividad de blindaje EMI/RFI en un intervalo de frecuencia de 1 MHz a 18 GHz.

15 20 La corrosión galvánica de superficies metálicas diferentes y las composiciones conductoras de la presente descripción se puede minimizar o prevenir al agregar inhibidores de corrosión a la composición, y/o seleccionar rellenos conductores apropiados. Los inhibidores de la corrosión que no son cromato que se proporcionan mediante la presente descripción pueden aumentar la resistencia a la corrosión de los selladores que comprenden un relleno eléctricamente conductor. La Patente de Estados Unidos núm. 5,284,888 y la Patente de Estados Unidos núm. 5,270,364 describen el uso de triazoles aromáticos para inhibir la corrosión de superficies de aluminio y acero que también se pueden incluir en una composición selladora proporcionada por la presente descripción. Un removedor de oxígeno de sacrificio tal como el Zn se puede usar como un inhibidor de la corrosión. Un inhibidor de la corrosión puede comprender menos del 10 % en peso del peso total de la composición eléctricamente conductora. Un inhibidor de la corrosión puede comprender una cantidad que varía de 2 % en peso a 8 % en peso del peso total de la composición eléctricamente conductora. La corrosión entre superficies metálicas diferentes también se puede minimizar o prevenir mediante la selección del tipo, cantidad, y propiedades de los rellenos conductores que comprenden la composición.

25 30 35 40 Una composición selladora puede comprender de aproximadamente 50 % en peso a aproximadamente 90 % en peso de un prepolímero de politioéter terminado en tiol, de aproximadamente 60 % en peso a aproximadamente 90 % en peso, de aproximadamente 70 % en peso a aproximadamente 90 % en peso, o de aproximadamente 80 % en peso a aproximadamente 90 % en peso de un prepolímero de politioéter terminado en tiol, donde el % en peso se basa en el peso total de sólidos secos de la composición selladora.

45 50 Una composición selladora puede incluir también aditivos tales como plastificantes, pigmentos, surfactantes, promotores de adhesión, agentes tixotrópicos, retardadores de fuego, agentes de enmascaramiento, aceleradores (tales como aminas, que incluyen 1,4-diaza-biciclo[2.2.2] octano, DABCO®), y combinaciones de cualquiera de los anteriores. Cuando se usan, los aditivos pueden estar presentes en una composición en una cantidad que varía, por ejemplo, de aproximadamente 0 % en peso a aproximadamente 60 % en peso. Los aditivos pueden estar presentes en una composición en una cantidad que varía de aproximadamente 25 % en peso a 60 % en peso.

## 55 Usos

60 65 Las composiciones que se proporcionan mediante la presente descripción se pueden usar, por ejemplo, en selladores, recubrimientos, encapsulantes, y composiciones para compuestos de encapsulamiento. Un sellador incluye una composición capaz de producir una película que tiene la capacidad de resistir condiciones operativas, tales como la humedad y la temperatura, y bloquear al menos parcialmente la transmisión de materiales, como agua, combustible, y otros líquidos y gases. Una composición de recubrimiento incluye un recubrimiento que se aplica a la superficie de un sustrato, por ejemplo, para mejorar las propiedades del sustrato, como la apariencia, adhesión, humectabilidad, resistencia a la corrosión, resistencia al desgaste, resistencia al combustible, y/o resistencia a la abrasión. Una composición de encapsulamiento incluye un material útil en un ensamble electrónico para proporcionar resistencia a golpes y vibraciones y para excluir la humedad y los

agentes corrosivos. En particular, las composiciones selladoras que se proporcionan mediante la presente descripción son útiles como selladores aeroespaciales y se pueden usar, por ejemplo, como revestimientos para depósitos de combustible.

5 Las composiciones, tales como selladores, se pueden proporcionar como composiciones de múltiples partes, tales como composiciones de dos partes, donde una parte comprende uno o más prepolímeros de politiöéter terminados en tiol y una segunda parte comprende uno o más poliepoxídos. Se pueden añadir aditivos y/u otros materiales a cualquier parte según se desee o sea necesario. Las dos partes se pueden combinar y mezclar antes de su uso. El tiempo de trabajo de la composición selladora mezclada puede ser de al menos 12 horas, al menos 24 horas, al menos 48 horas, o más de 48 horas, donde el tiempo de trabajo se refiere al período de tiempo que la composición mezclada permanece maleable, por ejemplo, tiene una viscosidad suficientemente baja, para su aplicación a una superficie después de mezclar.

10 Una composición cura a un curado libre de adherencia dentro de aproximadamente 24 horas a aproximadamente 72 horas a una temperatura de aproximadamente 25 °C o superior después de que la composición ya no es trabajable. El tiempo para formar un sello viable mediante el uso de las composiciones curables por la humedad que se proporcionan mediante la presente descripción puede depender de varios factores como se pueden apreciar por los expertos en la técnica, y como se definen por los requisitos de las normas y especificaciones aplicables. En general, las composiciones curables que se proporcionan mediante la presente descripción pueden desarrollar una resistencia a la adhesión dentro de 3 días a aproximadamente 7 días después de aplicar a una superficie. En general, la resistencia a la adhesión completa, así como también otras propiedades de las composiciones curadas que se proporcionan mediante la presente descripción se pueden desarrollar completamente dentro de los 7 días posteriores al mezclado y aplicación de una composición curable a una superficie.

15 25 Las composiciones que se proporcionan mediante la presente descripción pueden tener un tiempo de trabajo superior a aproximadamente 12 horas y pueden curar hasta una dureza de 25A Shore A de aproximadamente 150 horas a aproximadamente 250 horas.

20 30 Las composiciones, incluidos los selladores, que se proporcionan por la presente descripción se pueden aplicar a cualquier variedad de sustratos. Los ejemplos de sustratos a los cuales se puede aplicar una composición incluyen metales tales como titanio, acero inoxidable, aleaciones de acero, aluminio, y aleaciones de aluminio, cualquiera de los cuales puede ser anodizado, imprimido, recubierto con cromato o recubierto con un compuesto orgánico; epoxi; uretano; grafito; un compuesto de fibra de vidrio; Kevlar®; acrílicos; y policarbonatos. Las composiciones que se proporcionan mediante la presente descripción se pueden aplicar a un sustrato tal como aluminio y una aleación de aluminio.

35 40 45 Las composiciones de selladores que se proporcionan mediante la presente descripción se pueden formular como selladores de Clase A, Clase B, o Clase C. Un sellador de Clase A se refiere a un sellador aplicable con brocha que tiene una viscosidad de aproximadamente 0,1 Pa s (1 poise) a aproximadamente 50 Pa s (500 poise) y está diseñado para aplicación con brocha. Un sellador de Clase B se refiere a un sellador extruible que tiene una viscosidad de 450 Pa s (4500 poise) a 2000 Pa s (20 000 poise) y está diseñado para aplicación por extrusión mediante una pistola neumática. Un sellador de Clase B se puede usar para formar carenados de unión y sellados sobre superficies verticales o bordes donde se requiere un mínimo desprendimiento/escoria. Un sellador de Clase C tiene una viscosidad de 500 poise a 4500 poise y está diseñado para aplicación con un rodillo o un espardidor dentado. Un sellador de Clase C se puede usar para sellado de superficies de empalme.

50 Las composiciones que se proporcionan mediante la presente descripción se pueden aplicar directamente sobre la superficie de un sustrato o sobre una capa subyacente mediante cualquier proceso de recubrimiento adecuado conocido por los expertos en la técnica.

55 60 Además, se proporcionan métodos para sellar una abertura mediante el uso de una composición proporcionada por la presente descripción. Estos métodos comprenden, por ejemplo, proporcionar la composición curable de la presente descripción; aplicar la composición curable a al menos una superficie de una parte; y curar la composición aplicada para proporcionar una parte sellada. Una composición proporcionada por la presente descripción se puede curar en condiciones ambientales, donde condiciones ambientales se refiere a una temperatura de 20 °C a 25 °C y humedad atmosférica. Una composición se puede curar en condiciones que abarcan una temperatura de 0 °C a 100 °C y una humedad de 0 % de humedad relativa a 100 % de humedad relativa. Una composición se puede curar a una temperatura más alta tal como al menos 30 °C, al menos 40 °C, o al menos 50 °C. Una composición se puede curar a temperatura ambiente, por ejemplo, 25 °C. Una composición se puede curar bajo exposición a radiación actínica, tal como radiación ultravioleta. Como también se apreciará, los métodos se pueden usar para sellar aberturas en vehículos aeroespaciales, que incluyen aeronaves y vehículos aeroespaciales.

65 El tiempo para formar un sello viable mediante el uso de las composiciones curables de la presente descripción puede depender de varios factores como se puede apreciar por los expertos en la técnica, y como se definen por

los requisitos de las normas y especificaciones aplicables. En general, las composiciones curables de la presente descripción desarrollan una resistencia a la adhesión dentro de 3 días a aproximadamente 7 días después de mezclar y aplicar a una superficie. En general, la resistencia a la adhesión completa, así como también otras propiedades de las composiciones curadas de la presente descripción, se pueden desarrollar completamente dentro de los 7 días posteriores al mezclado y aplicación de la composición curable a una superficie.

5 Las composiciones curadas que se proporcionan mediante la presente descripción, tales como selladores curados, presentan propiedades aceptables para usar en aplicaciones aeroespaciales. En general, es conveniente que los selladores usados en las aplicaciones de aviación y aeroespaciales presenten las siguientes

10 propiedades: resistencia al desprendimiento mayor que 3,5 N/mm (20 libras por pulgada lineal (pli)) en sustratos de la Especificación de materiales aeroespaciales (AMS) 3265B determinada en condiciones secas, después de la inmersión en JRF Tipo I durante 7 días, y después de la inmersión en una solución de NaCl al 3 % de acuerdo con las especificaciones de prueba AMS 3265B; resistencia a la tracción entre 206,8 N/cm<sup>2</sup> (300 libras por pulgada cuadrada (psi)) y 275,8 N/cm<sup>2</sup> (400 psi); resistencia al desgarro mayor que 8,8 N/mm (50 libras por 15 pulgada lineal (pli)); elongación entre 250 % y 300 %; y dureza mayor que 40 durómetro A. Estas y otras propiedades del sellador curado son apropiadas para aplicaciones de aviación y aeroespaciales se describen en AMS 3265B. También es conveniente que, una vez curadas, las composiciones de la presente descripción usadas en las aplicaciones de aviación y aeronaves presenten un por ciento de dilatación volumétrica no mayor que 25 % después de la inmersión durante una semana a 60 °C (140 °F) y presión ambiental en JRF tipo I. 20 Otras propiedades, intervalos y/o umbrales pueden ser apropiados para otras aplicaciones de sellador.

Las composiciones curadas que se proporcionan mediante la presente descripción son resistentes al combustible. El término "resistente al combustible" significa que una composición, cuando se aplica a un sustrato y se cura, puede proporcionar un producto curado, tal como un sellador, que presenta por ciento de dilatación volumétrica no mayor que 40 %, en algunos casos no mayor que 25 %, en algunos casos no mayor que 20 % y en otros casos no mayor que 10 %, después de una inmersión durante una semana a 60 °C (140 °F) y presión ambiental en el Fluido de referencia de aviones a reacción (JRF) Tipo I de acuerdo con métodos similares a los descritos en ASTM D792 (Sociedad estadounidense para pruebas y materiales) o AMS 3269 (Especificación de materiales aeroespaciales). El JRF Tipo I, como se emplea para la determinación de la resistencia al combustible, tiene la siguiente composición: tolueno: 28 ± 1 % en volumen; ciclohexano (técnico): 34 ± 1 % en volumen; isoctano: 38 ± 1 % en volumen; y disulfuro de dibutilo terciario: 1 % ± 0,005 % por volumen (ver AMS 2629, emitido el 1 de julio de 1989, § 3.1.1, etc., disponible de SAE (Sociedad de ingenieros del automóvil)).

35 Las composiciones proporcionadas por la presente descripción proporcionan un producto curado, tal como un sellador, que presenta una elongación por tracción de al menos 200 % y una resistencia a la tracción de al menos 137,9 N/cm<sup>2</sup> (200 psi) cuando se mide de acuerdo con el procedimiento descrito en AMS 3279, § 3.3.17.1, procedimiento de prueba AS5127/1, § 7.7. Generalmente, para un sellador de Clase A no hay requisitos de tracción y elongación. Para un sellador de Clase B, como un requisito general, la resistencia a la tracción es igual o mayor que 137,9 N/cm<sup>2</sup> (200 psi) y la elongación es igual o mayor que 200 %. La elongación y la 40 resistencia a la tracción aceptables pueden ser diferentes en dependencia de la aplicación.

45 Las composiciones proporcionan un producto curado, tal como un sellador, que presenta una resistencia al cizallamiento por solapamiento mayor que 137,9 N/cm<sup>2</sup> (200 psi), tal como al menos 151,7 N/cm<sup>2</sup> (220 psi), al menos 172,4 N/cm<sup>2</sup> (250 psi), y, en algunos casos, al menos 275,8 N/cm<sup>2</sup> (400 psi), cuando se mide de acuerdo con el procedimiento descrito en SAE AS5127/1 párrafo 7.8.

Un sellador curado preparado a partir de una composición proporcionada por la presente descripción cumple o excede los requerimientos para selladores aeroespaciales como se establece en la AMS 3277.

50 También se describen aberturas, superficies, juntas, carenados de unión, superficies de empalme que incluyen las aberturas superficies, carenados de unión, juntas, y superficies de empalme de vehículos aeroespaciales, selladas con composiciones que se proporcionan mediante la presente descripción.

55 Una composición selladora eléctricamente conductora proporcionada por la presente descripción puede presentar las siguientes propiedades medidas a temperatura ambiente después de la exposición a 260 °C (500 °F) durante 24 horas: una resistividad superficial de menos de 1 ohms/cuadrado, una resistencia a la tracción mayor que 137,9 N/cm<sup>2</sup> (200 psi), una elongación mayor que 100 %, y una falla cohesiva de 100 % medida de acuerdo con MIL-C-27725.

## 60 Ejemplos

Ejemplo 1 (de acuerdo con la invención)

Sellador de Clase A

65 El sellador del Ejemplo 1 es un sellador de Clase A adecuado para el uso en aplicaciones con brocha. El sellador

del Ejemplo 1 consiste en dos partes, un acelerador (denominado Parte A) y una base (denominada Parte B). La formulación del acelerador se muestra en la Tabla 1A.

Tabla 1A. Formulación del acelerador.

	Material	Partes (g)
5	Resina Epon® 828	32,45
10	Epoxi Novolaca DEN® 431 Epoxi	13,91
15	Terfenilo hidrogenado (HB-40®)	11,13
20	Negro de humo	0,23
25	Borato de zinc	1,76
30	Carbonato de calcio precipitado	34,12
35	Carbonato de calcio recubierto	4,64
40	Ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico	1,21
45	Intermediario de silano, T-1601*	0,37
50	Intermediario de carbamato, T-5143*	0,19

\* Disponible de PRC-DeSoto International Inc., Sylmar, CA.

La preparación de la Parte A se describe a continuación. Epon® 828, DEN® 431 y HEMO® se cargan en un vaso FlackTek Hauschild de 1,25 galones. Mediante el uso de un equipo Hauschild FlackTek Speedmixer DAC 3000 HP, los materiales se mezclaron durante 1 min a 1000 rpm. Después se añadieron negro de humo, borato de zinc y carbonato de calcio precipitado. La composición se mezcló durante 2 min cada vez a una velocidad de 200 rpm, 400 rpm, 600 rpm, 800 rpm y 1000 rpm para un total de 10 min de mezclado. Después se añadieron carbonato de calcio recubierto y ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico. La composición se mezcló durante 2 min cada vez a 200 rpm, 400 rpm, 600 rpm, 800 rpm y 1000 rpm para un total de 10 minutos de mezclado. Se añadió T-1601 y la composición se mezcló durante 1 min a 800 rpm. Se añadió T-5143 y la composición se mezcló durante 1 min a 800 rpm. Por último, el contenedor con la Parte A se colocó en un horno a 60 °C (140 °F) durante 7 días. Los componentes de la formulación base (Parte B) se muestran en la Tabla 1B.

Tabla 1B. Formulación de la Parte B.

	Material	Partes (g)
35	Prepolímero de politiíoéter terminado en tiol**	54,38
40	Resina fenólica cocida, T-3921***	0,18
45	Resina fenólica cocida, T-3920***	0,49
50	Resina Methylon® 75108	0,74
55	Alúmina hidratada	3,54
60	Carbonato de calcio sin recubrir	5,88
65	Ortofósfato de zinc	4,17
70	Carbonato de calcio recubierto	13,72
75	Titanato de sodio	2,37
80	Terfenilo hidrogenado (HB-40®)	1,82
85	Fosfato tricálcico	0,39
90	Expancel® 920 DET 40 d25	0,64
95	Titanato de tetra n-butilo (TNBT)	0,25
100	DABCO® 33-LV	0,7
105	3-aminopropiltriethoxisilano	0,73
110	Acetato de Etilo	10,01

\*\*Un prepolímero terminado en tiol, disponible de PRC-DeSoto International, Inc., Sylmar, CA.

\*\*\* Promotor de adhesión fenólico, disponible de PRC-DeSoto International, Inc., Sylmar, CA.

La preparación de la Parte B se describe a continuación. Se añadieron prepolímero de politiíoéter, T-3920, T-3921 y Methylon® 75108 a un vaso FlackTek Hauschild 300 XL. Mediante el uso de un equipo Hauschild Speedmixer 1100.1 VAC-P (para todas las etapas de mezclado), los componentes se mezclaron durante 3 min a 1500 rpm al vacío.

Después se añadieron alúmina hidratada, carbonato de calcio sin recubrir, ortofósfato de zinc y carbonato de

calcio recubierto y la composición se mezcló durante 1 min a 1500 rpm, seguido de 2 min a 1000 rpm al vacío. Mediante el uso de una espátula, se eliminó cualquier material seco sin mezclar restante de los lados del vaso y se mezcló. Se repitió el procedimiento de mezclado.

- 5 Se añadieron titanato de sodio, HB-40® y fosfato tricálcico a la composición mezclada. La composición se mezcló durante 2 minutos a 1200 rpm al vacío. Después el material se dejó enfriar hasta temperatura ambiente. Despues se añadió Expancel® 920 DET 40 d25 y la composición se mezcló durante 1 min a 1000 rpm, seguido de 2 min a 1200 rpm. Se añadió titanato de tetra n-butilo e inmediatamente la composición se mezcló bien a mano con una espátula y despues se mezcló durante 1 min a 1200 rpm. Se añadió DABCO® 33-LV a la composición e inmediatamente la composición se mezcló bien a mano con una espátula y despues se mezcló durante 1 min a 1200 rpm. Se añadió 3-aminopropiltriethoxilano a la composición y la composición se mezcló durante 1 min a 1200 rpm. Se añadió acetato de etilo y se mezcló a mano durante 1 min a 1200 rpm.

- 10 15 El sellador se preparó mediante la combinación de 17,25 partes de la Parte A con 100 partes de la Parte B en peso. La composición se mezcló bien a mano con una espátula hasta que no se observó material amarillo o negro ni en los lados ni en la parte inferior del vaso. Despues, la composición se mezcló durante 2 min a 1200 rpm a un 100 % de vacío mediante el uso de un equipo FlackTek Hauschild Speedmixer 1100.1 VAC-P. Despues de mezclar, las muestras de prueba se prepararon y analizaron de acuerdo con MIL-PRF-81733D. Los resultados se muestran en las Tablas 1C y 1D.

20

Tabla 1C. Ejemplo 1 - Propiedades.

Propiedad	Valor
Contenido de no volátiles	91 %
Viscosidad base inicial	39,7 Pa s (397 poise)
Tiempo de aplicación -Viscosidad a las 2 h	37,6 Pa s (376 poise)
Tiempo hasta libre de adherencia	6,25 horas
Dureza	41A
Gravedad específica	1,12
Estabilidad térmica	APROBADO, +0A

Tabla 1D. Ejemplo 1 - Resistencia al desprendimiento.

Sustrato	Condición de prueba	N/mm (pli) / % de falla cohesiva
MIL-C-81706 (Alodine)	Condiciones estándar (Seco)	5,1 (29) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	4,4 (25) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	4,7 (27) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	4,9 (28) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	5,8 (33) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	4,4 (25) / 100
MIL-A-8625 (SAA)	Condiciones estándar (Seco)	6,0 (34) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	4,6 (26) / 100
MIL-A-8625 (SAA)	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	6,1 (35) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	5,4 (31) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	5,4 (31) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	5,8 (33) / 100
AMS-QQ-P-416 (Cadmio)	Condiciones estándar (Seco)	6,0 (34) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629 (JRF)	4,4 (25) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	6,1 (35) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	6,8 (39) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	7,0 (40) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	5,4 (31) / 100
AMS4376, AMS-M-3171 (Magnesio Alodine)	Condiciones estándar (Seco)	3,7 (21) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629 (JRF)	4,2 (24) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	3,9 (22) / 100

5		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	3,5 (20) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	3,5 (20) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	3,5 (20) / 100
10	AMS4911 (Titanio)	Condiciones estándar (Seco)	5,6 (32) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629 (JRF)	4,2 (24) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	6,5 (37) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	6,3 (36) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	6,3 (36) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	5,6 (32) / 100
15	MIL-PRF-23377	Condiciones estándar (Seco)	6,0 (34) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629 (JRF)	5,3 (30) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	6,3 (36) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	6,3 (36) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	5,4 (31) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	3,7 (21) / 100
20	AS4/3501-6 (Compuesto)	Condiciones estándar (Seco)	5,4 (31) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629 (JRF)	4,9 (28) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	6,3 (36) / 100
25			

Ejemplo 2 (de acuerdo con la invención)

Sellador de Clase A

30 El sellador del Ejemplo 2 es un sellador de Clase A adecuado para el uso en aplicaciones con brocha. El sellador del Ejemplo 2 consiste en dos partes, un acelerador (denominado Parte A) y una base (denominada Parte B). La formulación del acelerador se muestra en la Tabla 2A.

35 Tabla 2A. Formulación del acelerador.

Material	Partes (g)
Resina Epon® 828	32,45
Epoxi Novolaca DEN® 431 Epoxi	13,91
Terfenilo hidrogenado (HB-40®)	11,13
Negro de humo	0,23
Borato de zinc	1,76
Carbonato de calcio precipitado	34,12
Carbonato de calcio recubierto	4,64
Ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico	1,21
Intermediario de silano, T-1601*	0,37
Intermediario de carbamato, T-5143*	0,19

\* Disponible de PRC-DeSoto International Inc., Sylmar, CA.

La Parte A se preparó como se describió en el Ejemplo 1.

55 Los componentes de la formulación base (Parte B) se muestran en la Tabla 2B.

60 Tabla 2B. Formulación de la Parte B.

Material	Partes (g)
Prepolímero de politioéter terminado en tiol**	54,38
Resina fenólica cocida, T-3921***	0,18
Resina fenólica cocida, T-3920***	0,49
Resina Methylon® 75108	0,74
Alúmina hidratada	3,55
Carbonato de calcio sin recubrir	5,89

5	Ortofosfato de zinc	4,18
	Carbonato de calcio recubierto	13,75
	Titanato de sodio	2,37
10	Terfenilo hidrogenado (HB-40®)	1,82
	Fosfato tricálcico	0,39
	Expancel® 920 DET 40 d25	0,64
15	Titanato de tetra n-butilo (TNBT)	0,25
	DABCO® 33-LV	0,49
	3-Aminopropiltrietoxisilano	0,73
	Acetato de Etilo	10,03

\*\*Un prepolímero terminado en tiol, disponible de PRC-DeSoto International, Inc., Sylmar, CA.

\*\*\* Promotores de adhesión fenólicos, disponible de PRC-DeSoto International, Inc., Sylmar, CA.

20 La parte B se preparó como se describió en el Ejemplo 1.

25 El sellador del Ejemplo 2 se preparó mediante la combinación de 17,25 partes de la Parte A con 100 partes de la Parte B en peso. La composición se mezcló a mano con una espátula hasta que no se observó material amarillo o negro ni en los lados ni en la parte inferior del vaso. Después la composición se mezcló durante 2 min de mezcla a 1200 rpm al vacío en un equipo FlackTek Hauschild Speedmixer 1100.1 VAC-P. Después de mezclar, las muestras de prueba se prepararon y analizaron de acuerdo con MIL-PRF-81733D. Los resultados se muestran en las Tablas 2C y 2D.

30 Tabla 2C. Ejemplo 2 - Propiedades.

Propiedad	Valor
Contenido de no volátiles	91 %
Viscosidad - base inicial	36,2 Pa s (362 poise)
Tiempo de aplicación - Viscosidad a las 2 h	49,6 Pa s (496 poise)
35 Tiempo hasta libre de adherencia	8,5 horas
Dureza	42A
Gravedad específica	1,17
40 Estabilidad térmica	APROBADO, +0A

45 Tabla 2D. Ejemplo 2 - Resistencia al desprendimiento

Sustrato	Condición de prueba	N/mm (pli) / % de falla cohesiva
MIL-C-81706 (Alodine)	Condiciones estándar (Seco)	7,5 (43) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629 (JRF)	4,4 (25) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	7,2 (41) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	6,8 (39) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	6,0(34) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	5,6(32) / 100
MIL-A-8625 (SAA)	Condiciones estándar (Seco)	7,4 (42) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	4,6 (26) / 100
MIL-A-8625 (SAA)	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	6,3 (36) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	6,3 (36) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	6,0(34) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	3,9(22) / 100
AMS-QQ-P-416 (Cadmio)	Condiciones estándar (Seco)	8,1 (46) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	5,4 (31) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	6,7(38) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	6,3 (36) / 100

5	AMS4376, AMS-M-3171 (Magnesio Alodine)	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	6,5 (37) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	6,1 (35) / 100
		Condiciones estándar (Seco)	4,0(23) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	3,7(21) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	4,0(23) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	5,1 (29) / 100
	AMS4911 (Titanio)	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	4,7 (27) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	3,5 (20) / 100
		Condiciones estándar (Seco)	4,4 (25) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	5,3 (30) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	6,3 (36) / 100
10	MIL-PRF-23377	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	4,9(28) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	4,9(28)/ 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	4,9(28) / 100
		Condiciones estándar (Seco)	6,5 (37) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	3,7(21) / 100
15	AS4/3501-6 (Compuesto)	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	6,1 (35) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	5,1 (29) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	6,5 (37) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	5,3 (30) / 100
		Condiciones estándar (Seco)	4,2 (24) / 100
20	AS4/3501-6 (Compuesto)	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	5,4 (31) / 100
		2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	7,5 (43) / 100
		Condiciones estándar (Seco)	4,2 (24) / 100

Ejemplo 3 (de acuerdo con la invención a menos que se indique de cualquier otra manera)

35 Sellador de Clase B

El sellador del Ejemplo 3 es un sellador de Clase B adecuado para sellar carenados de unión. El sellador del Ejemplo 3 consistía en dos partes, un acelerador (denominado Parte A) y una base (denominada Parte B). La formulación del acelerador se muestra en la Tabla 3A.

40 Tabla 3A: Formulación del acelerador.

Material	Partes (g)
Resina Epon® 828	32,45
Epoxi Novolaca DEN® 431 Epoxi	13,91
Terfenilo hidrogenado (HB-40®)	11,13
Negro de humo	0,23
Borato de zinc	1,76
Carbonato de calcio precipitado	34,12
Carbonato de calcio recubierto	4,64
Ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico	1,21
50 Intermediario de silano, T-1601*	0,37
55 Intermediario de carbamato, T-5143*	0,19

55 \* Disponible de PRC-DeSoto International Inc., Sylmar, CA.

60 La formulación del acelerador se preparó como se describió en el Ejemplo 1.

La formulación base (Parte B) se muestra en la Tabla 3B.

Tabla 3B. Formulación de la Parte B.

	Material	Partes (g)
5	Prepolímero de politioéter terminado en tiol**	59,65
	Resina fenólica cocida, T-3921***	0,20
	Resina fenólica cocida, T-3920***	0,54
	Resina Methylon® 75108	0,81
10	Sílice precipitada	0,50
	Sílice pirogenada	0,50
	Alúmina hidratada	3,88
	Dióxido de Titanio	0,32
15	Ortofosfato de zinc	4,57
	Carbonato de calcio recubierto	20,99
	Titanato de sodio	2,60
	Terfenilo hidrogenado (HB-40®)	2,00
20	Fosfato tricálcico	0,43
	Expancel® 920 DET 40 d25	0,73
	Titanato de tetra n-butilo (TNBT)	0,27
25	DABCO® 33-LV	0,47
	3-aminopropiltrietoxisilano	0,80
	Aceite de tung	0,74

\*\* Un prepolímero terminado en tiol, disponible de PRC-DeSoto International, Inc., Sylmar, CA.

30 \*\*\* Promotor de adhesión fenólico, disponible de PRC-DeSoto International, Inc., Sylmar, CA.

35 La Parte B se preparó mediante el siguiente método. En un vaso FlackTek Hauschild 300 XL, se añadieron el prepolímero de politioéter, T-3920, T-3921 y Methylon® 75108. Mediante el uso de un equipo Hauschild Speedmixer 1100.1 VAC-P (para todas las etapas de mezclado), la composición se mezcló durante 3 min a 1500 rpm a un 100 % de vacío. Se añadieron sílice precipitada y sílice pirogenada y la composición se mezcló durante 1 min a 1500 rpm, seguido de 2 min a 1000 rpm a un 100 % de vacío. Se rasparon los lados de los vasos y se añadieron a la composición. Después, se añadieron alúmina hidratada, dióxido de titanio, ortofosfato de zinc y carbonato de calcio recubierto y la composición se mezcló durante 1 min a 1500 rpm, seguido de 2 min a 1000 rpm a un 100 % de vacío. Mediante el uso de una espátula, se raspó el material de los lados del vaso, se añadió a la composición y se mezcló de nuevo. Se añadieron titanato de sodio, HEMO® y fosfato tricálcico y la composición se mezcló durante 2 min a 1200 rpm a un 100 % de vacío. El material se dejó enfriar hasta temperatura ambiente.

40 45 50 La Parte B se preparó mediante el siguiente método. En un vaso FlackTek Hauschild 300 XL, se añadieron el prepolímero de politioéter, T-3920, T-3921 y Methylon® 75108. Mediante el uso de un equipo Hauschild Speedmixer 1100.1 VAC-P (para todas las etapas de mezclado), la composición se mezcló durante 3 min a 1500 rpm a un 100 % de vacío. Se añadieron sílice precipitada y sílice pirogenada y la composición se mezcló durante 1 min a 1500 rpm, seguido de 2 min a 1000 rpm a un 100 % de vacío. Se rasparon los lados de los vasos y se añadieron a la composición. Después, se añadieron alúmina hidratada, dióxido de titanio, ortofosfato de zinc y carbonato de calcio recubierto y la composición se mezcló durante 1 min a 1500 rpm, seguido de 2 min a 1000 rpm a un 100 % de vacío. Mediante el uso de una espátula, se raspó el material de los lados del vaso, se añadió a la composición y se mezcló de nuevo. Se añadieron titanato de sodio, HEMO® y fosfato tricálcico y la composición se mezcló durante 2 min a 1200 rpm a un 100 % de vacío. El material se dejó enfriar hasta temperatura ambiente.

55 El sellador se preparó mediante la combinación de 18,6 partes de la Parte A con 100 partes de la Parte B en peso. El sellador se mezcló bien a mano con una espátula hasta que no quedó material amarillo o negro ni en los lados ni en la parte inferior del vaso. Después, el sellador se mezcló durante 2 min a 1200 rpm a un 100 % de vacío en un equipo FlackTek Hauschild Speedmixer 1100.1 VAC-P. Después de mezclar, se prepararon muestras de prueba y se analizaron de acuerdo con MIL-PRF-81733. Los resultados se muestran en las Tablas 3C y 3D. Los requisitos de resistencia al desprendimiento para el sellador de Clase B del Ejemplo 3 fueron 3,5 N/mm (20 pli) / 100 % de falla cohesiva.

Tabla 3C. Ejemplo 3 - Resistencia al desprendimiento.

Sustrato	Acondicionamiento	Carga N/mm (pli) / % de Cohesión
MIL-C-5541 (Al con Alodine)	Condiciones estándar (Seco)	6,8 (39) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	7,4 (42) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	7,2 (41) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	7,4 (42) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en SW	5,4 (31) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS 2629B(JRF)	7,4 (42) / 100
AMS 2471 (Al anodizado)	Condiciones estándar (Seco)	8,9(51) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	9,5 (54) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	6,0(34) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	7,0 (40) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en SW	3,9(22) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS 2629B(JRF)	3,7(21) / 100
AMS 4130 (acero revestido de Cad por QQ-P-416)	Condiciones estándar (Seco)	6,0(34) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	8,6(49) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	10,5 (60) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	5,4 (31) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en SW	5,6(32) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS 2629B(JRF)	5,4 (31) / 100
AMS 4911 (Titánio)	Condiciones estándar (Seco)	9,6(55) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	8,1 (46) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	6,7(38) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	6,8 (39) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en SW	8,2 (47) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS 2629B(JRF)	8,1 (46) / 100
AMS 4376 (Magnesio)	Condiciones estándar (Seco)	7,7 (44) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	10,2 (58) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	8,8 (50) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	10,0 (57) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en SW	3,5 (20) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS 2629B(JRF)	6,7(38) / 100
MIL-PRF-23377 (curado 7 días @ condiciones estándar) (Imprimación epoxi)	Condiciones estándar (Seco)	9,8 (56) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	8,4 (48) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	8,1 (46) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	7,7 (44) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en SW	9,3 (53) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS 2629B(JRF)	7,4 (42) / 100
AS4/3501-6 (Grafito/Epoxy) (Lado desprendido)	Condiciones estándar (Seco)	6,8 (39) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	4,4 (25) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	8,1 (46) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	6,8 (39) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en SW	8,8 (50) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS 2629B(JRF)	4,7 (27) / 100
AS4/3501-6 (Grafito/Epoxy) (Lado de la herramienta)	Condiciones estándar (Seco)	6,5 (37) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	6,5 (37) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	5,8 (33) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	6,3 (36) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en SW	6,7(38) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS 2629B(JRF)	4,2 (24) / 100

Tabla 3D. Ejemplo 3 - Resistencia al desprendimiento.

Tipo de muestra	Acondicionamiento	Resultado de la prueba
Pareja MIL-C-5541 (Aluminio) ZAAMS 4911 (Titánio)	4 semanas de aerosol salino/SO <sub>2</sub>	Aprobado*
Pareja MIL-C-5541 (Aluminio) ZAAMS 4376 (Magnesio)	4 semanas de aerosol salino/SO <sub>2</sub>	Aprobado*

La resistencia a la corrosión se determinó de acuerdo con el método de celda galvánica T-23, MIL-PRF-81733D y MM-1076. Se usó una solución acuosa de cloruro de sodio al 3 % como medio de inmersión para la prueba de inmersión de la celda galvánica. Los sustratos de panel usados fueron aluminio desnudo (AMS-4045), acero inoxidable (AMS-5516), composición de titanio C (AMS-4911) y acero revestido de cadmio (QQ-P-416). Todos los paneles de prueba se curaron en una habitación con temperatura y humedad controladas en condiciones estándar para MM-1076 (8.1.2) durante 14 días para MM-1076 (8.1.6).

Los paneles de aluminio desnudo sin desgastar se limpiaron con esponjas de gasa empapadas en TURCO (U-628) sin aplicar ningún promotor de adhesión adicional. Cada panel de aluminio desnudo AMS-4045 se encintó con cinta adhesiva 3M 2307 de 1,27 cm (1/2") hasta una profundidad de 0,635 mm (0,025") en un patrón alterno de superficie desnuda/encintada. Después de encintar cada panel con el patrón de sellador adecuado, se aplicó sellador a cada panel y se niveló a la altura de la cinta adhesiva. Las muestras se sometieron a un curado a temperatura ambiente o 2 semanas en una sala con temperatura y humedad controladas. Después de dos semanas de curado estándar, los paneles se combinaron con un metal diferente (acero inoxidable, titanio o cadmio) y se introdujeron en una solución acuosa de cloruro de sodio (3 %) durante dos semanas. Se añadió agua desionizada común a las celdas 1 semana después de la prueba hasta el nivel de agua original.

Después de completar el acondicionamiento de 2 semanas de las celdas galvánicas, se eliminaron los metales diferentes. Las muestras se enjuagaron con agua caliente para eliminar cualquier depósito de sal residual. Las muestras se limpiaron con esponjas de gasa secas y se dejaron secar completamente al aire. Ciertas regiones selladoras de cada panel se rasparon mediante el uso de una cuchilla de borde plano y se clasificaron según la pérdida de adhesión (puntuación de 1-5, con una puntuación de 5 que indica que no hay pérdida de adhesión presente). Por último, cada muestra se analizó y se clasificó en cuanto a corrosión/picaduras (puntuación de 1-5, con una puntuación de 5 que indica que no hay presencia de corrosión/picaduras) en las regiones de sellado y pasivación de los paneles. Las muestras se evaluaron bajo un microscopio Bausch and Lomb (aumento 1-7x).

Los resultados del análisis de adhesión/corrosión de celdas galvánicas en regiones selladoras se presentan en las Tablas 3E-3F y para el análisis de corrosión de celdas galvánicas en regiones de pasivación se presentan en Tablas 3G-3I. Se comparan la adhesión y corrosión del sellador del Ejemplo 3 (de acuerdo con la invención) y P/S-870 B2, un sellador inhibidor de la corrosión de Clase B disponible de PPG Aerospace (ejemplo comparativo no de acuerdo con la invención). El sellador P/S-870 B@ es una formulación de polisulfuro curado con dióxido de manganeso en dos partes que contiene 4 % en peso de cromato soluble.

Tabla 3E. Análisis de adhesión/corrosión de celdas galvánicas (aluminio/acero inoxidable) en regiones selladoras.

Sellador	Acero inoxidable			Puntuación total
	Región selladora 3	Región selladora 4	Región selladora 5	
Ejemplo 3	4/5	4 / 4	4/4	12/13
Sellador que contiene cromato	3/3	3/4	1/3	7/10

Tabla 3D. Análisis de adhesión/corrosión de celdas galvánicas (aluminio/titanio) en regiones selladoras.

Sellador	Titanio			Puntuación total
	Región selladora 3	Región selladora 4	Región selladora 5	
Ejemplo 3	5/5	4/4	3/3	12/12
Sellador que contiene cromato	4/4	5/5	1/1	10/11

Tabla 3F. Análisis de adhesión/corrosión de celdas galvánicas (aluminio/cadmio) en regiones selladoras.

Sellador	Cadmio			Puntuación total
	Región selladora 3	Región selladora 4	Región selladora 5	
Ejemplo 3	5/5	5	5/5	15/15
Sellador que contiene cromato	4/5	5/5	5/5	14/15

5 Tabla 3G. Análisis de corrosión de celdas galvánicas (aluminio/acero inoxidable) en regiones de pasivación.

Sellador	Acero inoxidable					Puntuación total
	Región 1	Región 2	Región 3	Región 4	Región 5	
Ejemplo 3	5	5	5	5	5	25
Sellador que contiene cromato	5	5	5	5	4	24

10 Tabla 3H. Análisis de corrosión de celdas galvánicas (aluminio/titanio) en regiones de pasivación.

Sellador	Titanio					Puntuación total
	Región 1	Región 2	Región 3	Región 4	Región 5	
Ejemplo 3	5	5	5	5	5	25
Sellador que contiene cromato	5	5	5	5	5	25

20 Tabla 3I. Análisis de corrosión de celdas galvánicas (aluminio/cadmio) en regiones de pasivación.

Sellador	Cadmio					Puntuación total
	Región 1	Región 2	Región 3	Región 4	Región 5	
Ejemplo 3	5	5	5	5	5	25
Sellador que contiene cromato	5	5	5	5	5	25

30 Los resultados presentados en las Tablas 3E-3I demuestran que los paquetes inhibidores de la corrosión que no son cromato proporcionados por la presente descripción brindan una protección contra la corrosión al menos tan buena o mejor que un paquete inhibidor de la corrosión que contiene cromato.

35 Ejemplo 4 (de acuerdo con la invención)

35 Sellador de Clase C

40 El sellador del Ejemplo 4 es un sellador de Clase C adecuado para el uso en aplicaciones de sellado de superficies de empalme. El sellador del Ejemplo 4 consiste en dos partes, un acelerador (denominado Parte A) y una base (denominada Parte B). La formulación del acelerador se muestra en la Tabla 4A.

45 Tabla 4A: Formulación del acelerador.

Material	Partes (g)
Resina Epon® 828	26,14
Epoxi Novolaca DEN® 431 Epoxi	17,43
Terfenilo hidrogenado (HB-40®)	10,80
Negro de humo	0,21
Borato de zinc	1,71
Carbonato de calcio precipitado	35,82
Carbonato de calcio recubierto	4,87
Ácido 2-benzotiazolilitiobutanodioico	1,22
Intermediario de silano, T-1601*	1,80

45 \* Disponible de PRC-DeSoto International Inc., Sylmar, CA.

50 La Parte A se preparó mediante el uso del proceso descrito en el Ejemplo 1.

55 La formulación base (Parte B) se muestra en la Tabla 4B.

60 Tabla 4B: Formulación de la Parte B.

Material	Partes (g)
Prepolímero de politioloéter terminado en tiol**	60,00
Resina fenólica cocida, T-3921***	0,57
Resina fenólica cocida, T-3920***	0,25

5	Resina Methylon® 75108	0,85
	Carbonato de calcio precipitado	12,98
	Carbonato de calcio recubierto	12,98
	Alúmina hidratada	3,92
	Ortofosfato de zinc	3,00
10	Titanato de sodio	2,60
	Terfenilo hidrogenado (HB-40)	2,00
	Fosfato tricálcico	0,43
	Titanato de tetra n-butilo (TNBT)	0,27
15	2,4,6-Tri(dimetilaminometil)fenol	0,20
	3-Aminopropiltriethoxilano	0,42

\*\* Un prepolímero terminado en tiol, disponible de PRC-DeSoto International, Inc., Sylmar, CA.

\*\*\* Promotor de adhesión fenólico, disponible de PRC-DeSoto International, Inc., Sylmar, CA.

- 20 La Parte B se preparó mediante el uso del siguiente proceso. En un vaso FlackTek Hauschild 300 XL, se añadieron prepolímero de politiíoéter, T-3920, T-3921 y Methylon® 75108. Mediante el uso de un equipo Hauschild Speedmixer 1100.1 VAC-P (para todas las etapas de mezclado), la composición se mezcló durante 3 min a 1500 rpm al vacío. Se añadieron carbonato de calcio precipitado y carbonato de calcio recubierto y la composición se mezcló durante 1 min a 1500 rpm, seguido de 2 min a 1000 rpm al vacío. Después se añadieron alúmina hidratada y ortofosfato de zinc, se mezclaron durante 1 min a 1500 rpm, seguido de 2 min a 1000 rpm al vacío. Mediante el uso de una espátula, se rasparon los lados del vaso, se añadió el material seco sin mezclar a la composición y se repitió el proceso de mezclado. Después se añadieron titanato de sodio, HB-40® y fosfato tricálcico y la composición se mezcló durante 2 min a 1200 rpm al vacío. El material se dejó enfriar hasta temperatura ambiente.
- 25
- 30 Se añadió titanato de tetra n-butilo al material enfriado, inmediatamente se mezcló bien a mano con una espátula y después se mezcló durante 1 min a 1500 rpm. Se añadió 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol y la composición se mezcló durante 1 min a 1200 rpm. Por último, se añadió 3-aminopropiltriethoxilano y la composición se mezcló durante 1 min a 1200 rpm.
- 35 El sellador se preparó mediante la combinación de 19,7 partes de material de Parte A con 100 partes de material de Parte B en peso. En un vaso FlackTek Hauschild 300 XL, el material se mezcló bien a mano con una espátula hasta que no quedó material amarillo o negro ni en los lados ni en la parte inferior del vaso. Después, el sellador se mezcló durante 2 min a 1200 rpm al vacío en un equipo FlackTek Hauschild Speedmixer 1100.1 VAC-P. Después de mezclar, las muestras de prueba se prepararon y analizaron de acuerdo con MIL-PRF-81733. Los resultados se muestran en las Tablas 4C-4H. Los requisitos de resistencia al desprendimiento para el sellador de Clase B del Ejemplo 4 fueron 3,5 N/mm (20 pli) / 100 % de falla cohesiva. Los requisitos de resistencia al cizallamiento por solapamiento para el sellador del Ejemplo 4 fueron 137,9 N/cm<sup>2</sup> (200 pli) / 100 % de falla cohesiva.
- 40

45 Tabla 4C. Ejemplo 4 - Resistencia al desprendimiento.

Sustrato	Acondicionamiento	N/mm (pli) / % de falla cohesiva
MIL-C-81706 (Alodine)	Condiciones estándar (Seco)	8,6(49) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	6,0(34) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	9,1 (52) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	13,8 (79) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	15,9 (91) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	14,4 (82) / 100
MIL-A-8625 (SAA)	Condiciones estándar (Seco)	10,9 (62) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	6,0(34) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	10,7 (61) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	14,4 (82) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	11,2 (64) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	13,1 (75) / 100

Tabla 4D. Ejemplo 4 - Resistencia al desprendimiento.

Sustrato	Acondicionamiento / Requisitos	N/mm (pli) / % de falla cohesiva
AMS-QQ-P-416 (Cadmio)	Condiciones estándar (Seco)	8,6(49) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629 (JRF)	5,1 (29) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	8,6(39) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	7,7 (44) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	11,7 (67) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	7,7 (44) / 100
AMS4376 AMS-M-3171 (con Alodine Magnesio)	Condiciones estándar (Seco)	9,8 (56) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	5,4 (31) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	13,0 (74) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	12,4 (71) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	14,9 (85) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	15,6 (89) / 100

Tabla 4E. Ejemplo 4 - Resistencia al desprendimiento.

Sustrato	Acondicionamiento / Requisitos	N/mm (pli) / % de falla cohesiva
AMS4911 (Titano)	Condiciones estándar (Seco)	10,7(61) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	6,5 (37) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al	10,2 (58) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	10,2 (58) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	10,5 (60) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	9,3 (53) / 100
MIL-PRF-23377	Condiciones estándar (Seco)	14,0(80) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	8,2 (47) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al	5,4 (31) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	12,6(72) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	9,3 (53) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	8,6 (49) / 100

Tabla 4F. Ejemplo 4 - Resistencia al desprendimiento.

Sustrato	Acondicionamiento / Requisitos	N/mm (pli) / % de falla cohesiva
AS4/3501-6- Lado desprendido (Compuesto)	Condiciones estándar (Seco)	9,5 (54) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	6,3 (36) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	8,4 (48) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	12,3 (70) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	13,7(78) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	13,3 (76) / 100

Tabla 4G. Ejemplo 4 - Resistencia al desprendimiento.

Sustrato	Acondicionamiento / Requisitos	N/mm (pli) / % de falla cohesiva
MM 125 5 para MP24050	Condiciones estándar (Seco)	11,7(67) /100
		10,0(57) / 100
	7 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al	8,8 (50) / 100
	3 %	8,9 (51) / 100
	7 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	4,4 (25) / 100
		4,9 (28) / 100

5	MM 1275 para MP24050	Condiciones estándar (Seco)	10,2 (58) / 100
			10,5 (60) / 100
		7 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	8,6 (49) / 100
			9,3 (53) / 100
		7 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	3,9 (22) / 100
			4,4 (25) / 100
10	MM 1275 para MP24050 + M1276 MP24053	Condiciones estándar (Seco)	8,4 (48) / 100
			10,2 (58) / 100
		7 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	7,5 (43) / 100
			8,9 (51) / 100
		7 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	4,6 (26) / 100
			4,6 (26) / 100

Tabla 4H. Ejemplo 4 - Resistencia al cizallamiento por solapamiento.

Acondicionamiento / Requisitos	Sustrato	N/cm <sup>2</sup> (psi) / % de falla cohesiva
25	Condiciones estándar (Seco) 137,9 N/cm <sup>2</sup> (200 psi) /100 % de FC	393,7 (571) / 100
		393,7 (571) / 100
		370,2 (537) / 100
		411,6 (597) / 100
		394,4 (572) / 100
	7 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 % 137,9 N/cm <sup>2</sup> (200 psi) / 100 % de FC	287,5 (417) / 100
		319,2 (463) / 100
		315,8 (458) / 100
		291,6 (423) / 100
		276,5 (401) / 100
35	7 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629 (JRF) 137,9 N/cm <sup>2</sup> (200 psi) /100 % de FC	322,7 (468) / 100
		334,4 (485) / 100
		276,5 (388) / 100
		334,4 (485) / 100
		288,9 (419) / 100

## Ejemplo 5 (de acuerdo con la invención)

## 45 Sellador de Clase C

El sellador del Ejemplo 5 es un sellador de Clase C adecuado para el uso en aplicaciones de superficies de empalme. El sellador del Ejemplo 5 consiste en dos partes, el acelerador (denominado Parte A) y la base (denominada Parte B). La formulación del acelerador se muestra en la Tabla 5A.

50

Tabla 5A: Formulación del acelerador.

Material	Partes (g)
Resina Epon® 828	26,14
Epoxi Novolaca DEN® 431 Epoxi	17,43
Terfenilo hidrogenado (HB-40®)	10,80
Negro de humo	0,21
Borato de zinc	1,71
Carbonato de calcio precipitado	35,82
Carbonato de calcio recubierto	4,87
Ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico	1,22
Intermediario de silano, T-1601*	1,80

\* Disponible de PRC-DeSoto International Inc., Sylmar, CA.

La Parte A se preparó de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo 1.

La formulación base (Parte B) se muestra en la Tabla 5B.

5	Tabla 5B: Formulación de la Parte B.	
10	Material	Partes (g)
	Prepolímero de politioéter terminado en tiol**	60,00
15	Resina fenólica cocida, T-3921***	0,57
20	Resina fenólica cocida, T-3920***	0,25
25	Resina Methylon® 75108	0,85
30	Carbonato de calcio precipitado	10,76
	Carbonato de calcio recubierto	10,76
35	Alúmina hidratada	3,92
40	Ortofosfato de zinc	3,00
45	Titanato de sodio	2,60
50	Terfenilo hidrogenado (HB-40®)	2,00
55	Fosfato tricálcico	0,43
	Tamiz molecular	4,00
	Tyzor titanato de tetra n-butilo (TNBT)	0,27
	Imidazol	0,20
	3-Aminopropiltetoxisilano	0,42
	** Un prepolímero terminado en tiol, disponible de PRC-DeSoto International, Inc., Sylmar, CA.	
	*** Promotor de adhesión fenólico, disponible de PRC-DeSoto International, Inc., Sylmar, CA.	
55	La Parte B se preparó mediante el uso del siguiente procedimiento. Se añadieron prepolímero de politioéter, T-3920, T-3921 y Methylon® 75108 a un vaso FlackTek Hauschild 300 XL. Mediante el uso de un equipo Hauschild Speedmixer 1100.1 VAC-P (para todas las etapas de mezclado), la composición se mezcló durante 3 min a 1500 rpm al vacío. Se añadieron carbonato de calcio precipitado y carbonato de calcio recubierto y la composición se mezcló durante 1 min a 1500 rpm, seguido de 2 min a 1000 rpm al vacío. Se añadieron alúmina hidratada y ortofosfato de zinc y la composición se mezcló durante 1 min a 1500 rpm, seguido de 2 min a 1000 rpm al vacío. Mediante el uso de una espátula, se rasparon los lados del vaso, se añadió el material a la composición y se repitió el proceso de mezclado. Se añadieron titanato de sodio, HEMO® y fosfato tricálcico y la composición se mezcló durante 2 min a 1200 rpm al vacío. El material se dejó enfriar hasta temperatura ambiente.	
55	Se añadió tamiz molecular a la composición enfriada y se mezcló durante 1 min a 1500 rpm, seguido de 2 min a 1000 rpm al vacío. Se añadió titanato de tetra n-butilo, inmediatamente se mezcló bien a mano con una espátula y después se mezcló durante 1 min a 1500 rpm. Se añadió imidazol y la composición se mezcló durante 1 min a 1200 rpm. Por último, se añadió 3-aminopropiltetoxisilano y la composición se mezcló durante 1 min a 1200 rpm.	
55	El sellador se preparó mediante la combinación de 19,7 partes de material de Parte A con 100 partes de material de Parte B en peso en un vaso FlackTek Hauschild 300 XL. El sellador se mezcló bien a mano con una espátula hasta que no quedó material amarillo o negro ni en los lados ni en la parte inferior del vaso. Después el sellador se mezcló durante 2 min a 1200 rpm con un 100 % de vacío en un equipo FlackTek Hauschild Speedmixer 1100.1 VAC-P. Después de mezclar, las muestras de prueba se prepararon y analizaron de acuerdo con MIL-PRF-81733. Los resultados se muestran en la Tabla 5C. Los requisitos de resistencia al desprendimiento para el sellador de Clase C del Ejemplo 5 fueron 3,5 N/mm (20 pli) / 100 % de falla cohesiva.	

Tabla 5C. Ejemplo 5 - Propiedades.

Prueba	Acondicionamiento	Resultados de la prueba	Especificación / Requisitos
De no volátiles Contenido	Condiciones estándar	99 %	≥ 97 %
Viscosidad de base	Condiciones estándar	172,5 Pas (1725 poise)	100-400 Pas (1000-4000 poise)

5	Tiempo de aplicación	Condiciones estándar	325 g/min @ 48 h	≥ 50 g/min @ 48 h
10	Tiempo de ensamblaje	Condiciones estándar	0,10 mm (0,004") @ 168 h	≤ 0,13 mm (0,005") @ 168 h
15	Dureza	Condiciones estándar	62 Shore A	≥ 30 Shore A
20	Gravedad específica	Condiciones estándar	1,47	≤ 1,55
25	Estabilidad térmica	48 horas @ 149±2 °C	Aprobado	Sin ampollas, cuarteaduras o grietas

Tabla 5D. Ejemplo 5 - Resistencia al desprendimiento.

Sustrato	Acondicionamiento	N/mm (pli) / % de falla
MIL-C-81706 (Alodine)	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	3,5 (20) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	6,8 (39) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	7,2 (41) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	5,6(32) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	7,2 (41) / 100
MIL-A-8625 (SAA)	Condiciones estándar (Seco)	4,7 (27) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	3,7(21) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	7,5 (43) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	7,2 (41) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	8,6(49) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	7,9(45) / 100

Tabla 5E. Ejemplo 5 - Resistencia al desprendimiento.

Sustrato	Acondicionamiento	N/mm (pli) / % de falla cohesiva
AMS4376 AMS-M-3171 (con Alodine Magnesio)	Condiciones estándar (Seco)	6,0 (34) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	3,5 (20) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	6,3 (36) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	6,1 (35) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	6,3 (36) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	6,1 (35) / 100
AMS4911 (Titanio)	Condiciones estándar (Seco)	4,0 (23) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	3,5 (20) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	6,0 (34) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	7,5 (43) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	5,8 (33) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	6,5 (37) / 100

Tabla 5F. Ejemplo 5 - Resistencia al desprendimiento.

Sustrato	Acondicionamiento	N/mm (pli) / % de falla cohesiva
MIL-PRF-23377	Condiciones estándar (Seco)	6,3 (36) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en AMS2629(JRF)	3,5 (20) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en agua con NaCl al 3 %	6,5 (37) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-83282	5,8 (33) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-7808	8,6 (49) / 100
	2 días @ 60 °C (140 °F) en MIL-PRF-23699	6,7 (38) / 100

## REIVINDICACIONES

1. Una composición que comprende:

5        un prepolímero de politioéter terminado en tiol;  
 un agente de curado de poliepóxido; y  
 un inhibidor de la corrosión que no es cromato.

10      2. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde

10      – el agente de curado de poliepóxido comprende una resina epoxi novolaca, una resina epoxi de bisfenol A/epiclorhidrina, o una de sus combinaciones; o  
 – el inhibidor de la corrosión que no es cromato comprende borato de zinc, ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico, ortofosfato de zinc, titanato de sodio, fosfato tricálcico o una combinación de cualquiera de los anteriores.

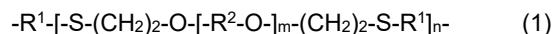
15      3. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el inhibidor de la corrosión que no es cromato comprende:

20      de 2 % en peso a 6 % en peso de borato de zinc;  
 de 1 % en peso a 5 % en peso de ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico;  
 de 35 % en peso a 70 % en peso de ortofosfato de zinc;  
 de 20 % en peso a 50 % en peso de titanato de sodio; y  
 de 3 % en peso a 8 % en peso de fosfato tricálcico,

25      donde el % en peso se basa en el peso total del inhibidor de la corrosión que no es cromato; o  
 de 0,05 % en peso a 0,5 % en peso de borato de zinc;  
 de 0,05 % en peso a 0,4 % en peso de ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico;  
 de 1 % en peso a 6 % en peso de ortofosfato de zinc;

30      de 0,5 % en peso a 5 % en peso de titanato de sodio; y  
 de 0,05 % en peso a 0,7 % en peso de fosfato tricálcico,  
 donde el % en peso se basa en el peso total de la composición.

35      4. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el prepolímero de politioéter terminado en tiol comprende una cadena principal que tiene la estructura de Fórmula (1):



en donde,

40      cada  $R^1$  se selecciona independientemente de un grupo n-alcanodiilo  $C_{2-10}$ , un grupo alcanodiilo  $C_{3-6}$  ramificado, un grupo cicloalcanodiilo  $C_{6-8}$ , un grupo alcanocicloalcanodiilo  $C_{6-10}$ , un grupo heterocíclico, un grupo  $-[(-CHR^3)_p-X-]_q-(CHR^3)-$ , en donde cada  $R^3$  se selecciona de hidrógeno y metilo;

45      cada  $R^2$  se selecciona independientemente de un grupo n-alcanodiilo  $C_{2-10}$ , un grupo alcanodiilo  $C_{3-6}$  ramificado, un grupo cicloalcanodiilo  $C_{6-8}$ , un grupo alcanocicloalcanodiilo  $C_{6-14}$ , un grupo heterocíclico y un grupo  $-[(-CH_2)_p-X-]_q-(CH_2)-$ ;

50      cada  $X$  se selecciona independientemente de O, S, -NH- y  $-N(-CH_3)-$ ;

55       $m$  varía de 0 a 50;

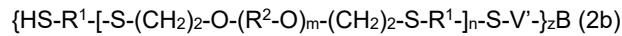
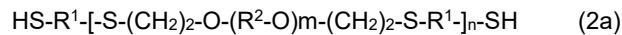
55       $n$  es un número entero que varía de 1 a 60;

55       $p$  es un número entero que varía de 2 a 6;

55       $q$  es un número entero que varía de 1 a 5; y

55       $r$  es un número entero que varía de 2 a 10.

55      5. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el prepolímero de politioéter terminado en tiol comprende un prepolímero de politioéter terminado en tiol de Fórmula (2a), un prepolímero de politioéter terminado en tiol de Fórmula (2b) o una de sus combinaciones:



60      en donde:

65      cada  $R^1$  se selecciona independientemente de alcanodiilo  $C_{2-10}$ , cicloalcanodiilo  $C_{6-8}$ , alcanocicloalcanodiilo  $C_{6-14}$ , heterocicloalcanodiilo  $C_{5-8}$  y  $-[(-CHR^3)_p-X-]_q-(CHR^3)-$ , en donde:

65       $p$  es un número entero de 2 a 6;

q es un número entero de 1 a 5;  
r es un número entero de 2 a 10;  
cada R<sup>3</sup> se selecciona independientemente de hidrógeno y metilo; y  
cada X se selecciona independientemente de -O-, -S-, -NH- y -N(-CH<sub>3</sub>)-

5 cada  $R^2$  se selecciona independientemente de alcanodiilo  $C_{1-10}$ , cicloalcanodiilo  $C_{6-8}$ , alcanocicloalcanodiilo  $C_{6-14}$  y  $-[(-CHR^3-p-X-q-(-CHR^3)-r]$ , en donde  $p$ ,  $q$ ,  $r$ ,  $R^3$  y  $X$  son como se definen

10 para R<sup>1</sup>;  
m es un número entero de 0 a 50;  
n es un entero de 1 a 60; y  
B representa un núcleo de un agente polifuncionalizante z-valente terminado en vinilo B(-V)<sub>z</sub> en donde:

z es un número entero de 3 a 6; y  
cada V es un grupo que comprende un grupo vinilo terminal; y

15 cada -V- se deriva de la reacción de -V con un tiol.

6. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el prepolímero de politiíoéter terminado en tiol comprende el producto de reacción de reactivos que comprenden:

20 (a) un ditiol de Fórmula (3):

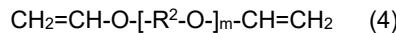


25 en donde:

R<sup>1</sup> se selecciona de alcanodiilo C<sub>2-6</sub>, cicloalcanodiilo C<sub>6-8</sub>, alcanocicloalcanodiilo C<sub>6-10</sub>, heterocicloalcanodiilo C<sub>5-8</sub> y [- (CHR<sup>3</sup>)<sub>n</sub> - X - ]<sub>1-3</sub> (CHR<sup>3</sup>)<sub>1-3</sub> en donde:

cada R<sup>3</sup> se selecciona independientemente de hidrógeno y metilo;  
cada X se selecciona independientemente de -O-, -S-, -NH-, y -N(-CH<sub>3</sub>)-;  
p es un número entero de 2 a 6;  
q es un número entero de 1 a 5; y  
r es un número entero de 2 a 10; y

35 (b) un éter divinílico de Fórmula (4):



en donde:

40 cada  $R^2$  se selecciona independientemente de alcano diólico  $C_{1-10}$ , cicloalcano diólico  $C_{6-8}$ , alcano cicloalcano diólico  $C_{6-14}$  y  $-[(-CHR^3)_p-X]_q-(-CHR^3)_r$ , en donde  $p$ ,  $q$ ,  $r$ ,  $R^3$  y  $X$  son como se definen para  $R^1$ ;  
 m es un número entero de 0 a 50.

7. La composición de acuerdo con la reivindicación 6, en donde los reactivos comprenden (c) un compuesto polifuncional B(-V)<sub>z</sub>, en donde,

B representa un núcleo de un agente polifuncionalizante z-valente terminado en vinilo B(-V)<sub>z</sub>, z es un número entero de 3 a 6; y cada -V es un resto que comprende un grupo terminal que es reactivo con un grupo tiol.

8. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la composición comprende:

55 de 30 % en peso a 65 % en peso del prepolímero de politiöéter terminado en tiol; de 3 % en peso a 10 % en peso del agente de curado de poliepóxido; y de 1 % en peso a 12 % en peso del inhibidor de la corrosión que no es cromato, donde el % en peso se basa en el peso total de la composición; o  
60 un catalizador de amina, que comprende preferentemente 1,4-diazabiciclo[2.2.2]octano, 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol, imidazol o una combinación de cualquiera de los anteriores.

9. Un sellador que comprende la composición de acuerdo con la reivindicación 1,

10. El sellador de acuerdo con la reivindicación 9 que se cura

11. Un método para sellar una pieza que comprende:

proporcionar el sellador de acuerdo con la reivindicación 9;  
aplicar el sellador de acuerdo con la reivindicación 9, a al menos a una porción de una pieza; y  
curar la composición aplicada para proporcionar una pieza sellada.

5 12. Un sistema de sellado, que comprende:

una primera parte que comprende:

10 un prepolímero de politioéter terminado en tiol; y  
una primera porción de un inhibidor de la corrosión que no es cromato; y

una segunda parte que comprende:

15 un poliepóxido; y  
una segunda porción de un inhibidor de la corrosión que no es cromato.

13. El sistema de sellado de acuerdo con la reivindicación 12, en donde,

20 la primera parte comprende:

25 de 40 % en peso a 80 % en peso de un prepolímero de politioéter terminado en tiol;  
de 1 % en peso a 7 % en peso de ortofosfato de zinc;  
de 0,5 % en peso a 5 % en peso de titanato de sodio; y  
de 0,1 % en peso a 0,7 % en peso de fosfato tricálcico,  
en donde el % en peso se basa en el peso total de la primera parte; y  
en donde la primera porción del inhibidor de la corrosión que no es cromato comprende ortofosfato de zinc, titanato de sodio y fosfato tricálcico; y

30 la segunda parte comprende:

35 de 30 % en peso a 60 % en peso de un poliepóxido;  
de 0,5 % en peso a 3,5 % en peso de borato de zinc; y  
de 0,5 % en peso a 3 % en peso de ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico,  
en donde el % en peso se basa en el peso total de la segunda parte; y  
en donde la segunda porción del inhibidor de la corrosión que no es cromato comprende borato de zinc y ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico.

14. Una composición selladora curable formada mediante la combinación de la primera parte y la segunda parte del sistema de sellado de acuerdo con la reivindicación 13.

40 15. Un inhibidor de la corrosión que no es cromato, que comprende:

45 de 2 % en peso a 6 % en peso de borato de zinc;  
de 1 % en peso a 5 % en peso de ácido 2-benzotiazoliltiobutanodioico;  
de 35 % en peso a 70 % en peso de ortofosfato de zinc;  
de 20 % en peso a 50 % en peso de titanato de sodio; y  
de 3 % en peso a 8 % en peso de fosfato tricálcico,  
en donde el % en peso se basa en el peso total del inhibidor de la corrosión que no es cromato.