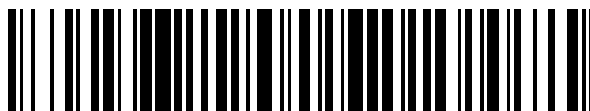


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 787 259**

51 Int. Cl.:

C09J 4/06 (2006.01)

C09J 133/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.05.2012 PCT/IB2012/000968**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.11.2013 WO13171528**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.05.2012 E 12731153 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.02.2020 EP 2850144**

54 Título: **Formulaciones de curado anaeróbicas para el sellado y el bloqueo de pernos y tuercas**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.10.2020

73 Titular/es:
TECNOLOGIC 3 S.R.L. (100.0%)
Via Parini 94/a
20064 Gorgonzola (MI), IT

72 Inventor/es:
AITA, GASPARE y
CALASSO, ANTONIO, JR.

74 Agente/Representante:
TORNER LASALLE, Elisabet

ES 2 787 259 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

Formulaciones de curado anaeróbicas para el sellado y el bloqueo de pernos y tuercas

Campo de la invención

5 La presente invención según las reivindicaciones 1 a 4 se refiere a formulaciones de curado anaeróbico/reticulables basadas en resinas acrílicas en emulsiones acuosas. En función de la composición de estas formulaciones es posible modular las características de sus productos de reacción para hacer que sean adecuadas, en particular, para el uso según las reivindicaciones 5 y 6 como agentes de sellado y/o de bloqueo para las conexiones de tornillos, tuercas, pernos y capuchones roscados o de estanqueidad.

Estado de la técnica

10 Diversas formulaciones adecuadas están disponibles comercialmente para su uso para sellar y bloquear tuercas y pernos. Se exponen brevemente algunas de estas publicaciones conocidas de patentes a continuación.

La solicitud de patente internacional WO 00/01767 se refiere a una composición para sellar y autobloquear una tuerca en un tornillo. La composición es una emulsión o una dispersión acuosa de:

15 a) Al menos un monómero (met)acrílico polimerizable, presente en una cantidad de 4%-15% en peso de la composición total,

b) Un agente aglomerante soluble o dispersable en agua (un monómero reactivo) y

20 c) Un iniciador de polimerización de radicales libres en forma de una microcápsula (peróxido de benzoílo) en una cantidad eficaz.

25 La adición de inhibidores de polimerización tales como hidroquinonas proporcionan estabilidad a la composición polimérica. Se puede añadir un acelerador de polimerización a la composición, por ejemplo, compuestos organometálicos, que contienen una fracción de ferroceno. El pH es controlado mediante la adición de una solución básica. La composición muestra una elevada resistencia al envejecimiento provocado por el calor y es muy estable sobre superficies de cobre o bronce.

30 La patente estadounidense US 4.417.028 describe una composición de revestimiento adhesivo que comprende un monómero polimerizable, un sistema aglomerante y un iniciador y acelerador de polimerización (ferroceno). Se describe el monómero polimerizable usado en la composición como una mezcla de ésteres poli y monofuncionales de ácido acrílico (incluyen acrilatos de uretano; metacrilato hidroxipropílico; metacrilato hidroxietílico). El sistema aglomerante comprende un copolímero de un anhídrido y un compuesto seleccionado de arileno, alquileo, alcoxileno, arilalquileo, etc. El agente aglomerante preferente es etileno/anhídrido maleico. Estos agentes aglomerantes forman una suspensión o dispersión estable y también contribuyen a la adhesión de la película aplicada de antemano sobre un sustrato por medio de hidrólisis del anillo anhídrido. Se usan bases (NH₄OH, NaOH) para controlar el pH de la composición para obtener la adhesión óptima de la composición aplicada de antemano al sustrato. La composición tiene una larga vida útil, resistencia mejorada al envejecimiento térmico y un autobloqueo mayor entre el perno y el tornillo.

35 La patente estadounidense US 4.546.125 se refiere a una composición adhesiva de curado que tiene una resistencia y una velocidad de adhesión mejoradas. La composición comprende monómeros polimerizables de forma anaeróbica que contienen al menos 10% en peso de un monómero polimerizable de forma anaeróbica capaz de disolver más de 0,5% en peso de agua; sulfonamida o-benzoica (acelerador de polimerización); una amina terciaria heterocíclica y/o una amina aromática para mejorar la resistencia térmica; un iniciador de polimerización de radicales y agua. Se describe el poli(met)acrilato de uretano como el monómero polimerizable.

40 El documento US 4.048.259 describe una composición adhesiva de sellado, que se endurece en condiciones anaeróbicas. La composición comprende un éster acrílico polimerizable, un iniciador de polimerización peroxídica y un éster de ácido acrílico. La composición puede contener estabilizadores (hidroquinona), aceleradores (aminas cuaternarias alifáticas o aromáticas), espesantes, tintes y materiales de carga (CaCO₃, TiO₂ y tintes solubles). Los espesantes que pueden usarse en la composición son poli(alquil)acrilatos y metacrilatos. La composición es una mezcla adhesiva no corrosiva y produce una fijación muy fuerte.

45 El documento US 4.007.322 describe composiciones anaeróbicas de sellado que comprenden uno o más monómeros acrílicos no oxigenados, un iniciador de polimerización (peróxido orgánico), un inhibidor de polimerización (hidroquinona) y un acelerador de polimerización (sulfonamida benzoica). El inhibidor de polimerización proporciona a la composición una vida útil larga en caso de que haya contacto con el aire. Si ninguna de las superficies es metal, al menos una de las superficies de contacto debe tratarse de antemano con una imprimación.

El documento US 3.855.040 se refiere a composiciones anaeróbicas que se polimerizan rápidamente y contienen monómeros de éster de ácido acrílico, un iniciador de polimerización (peróxido orgánico), un ácido fuerte y un activador (que contiene una fracción de ferroceno). Se selecciona el activador para controlar la velocidad de curado.

5 El documento US 3.970.505 describe composiciones anaeróbicas que contienen monómeros polifuncionales de éster de ácido acrílico, un iniciador de polimerización peroxídica, tiourea sustituida y una sustancia ácida. La composición se cura rápidamente, manteniendo al mismo tiempo buenas propiedades mecánicas tales como propiedades de solidez, de flexibilidad y de sellado. Los monómeros usados producen características adhesivas y selladores duraderos. Ejemplos de ésteres poliacrílicos son: dimetacrilato de di y tetraetilenglicol, dimetacrilato butilenglicol, diacrilato de diglicerol, etc.

10 El documento US 4.410.644 describe una composición anaeróbica de sellado que comprende un monómero de éster de ácido acrílico polimerizable, un iniciador de polimerización (hidroperóxido), un inhibidor de polimerización (quinona), un acelerador de tipo sulfonamida orgánica, un espesante (poliglicoles), un agente colorante, un agente de control de la viscosidad (=modificador de reología) tal como humo de sílice; un agente contra el desgaste [(contra el desgaste del metal provocado por rozamiento entre las partes que hacen contacto con el metal), es decir, un agente contra el desgaste por rozamiento continuo, tal como tetrafluoroetileno] y al menos un plastificante (glicéridos).

15 El documento WO 2011/047738 divulga una composición curable de base acuosa adecuada para sellar elementos roscados de fijación y para el trabado de roscas de artículos recíprocamente roscados. La composición comprende: 20 15-40% en peso de al menos un grupo carboxilo que contiene copolímero de ácido acrílico y ácido metacrílico; 2-10% en peso de al menos un monómero polimerizable A que contiene un grupo acrilóilo; 10-30% en peso de al menos un compuesto polimerizable B que contiene al menos dos grupos acrilóilo; 1-8% en peso de al menos un iniciador encapsulado de radicales libres; 10-72% en peso de agua, 0-20% en peso de uno o más aditivos. Además, la composición puede contener aceleradores, tales como metalocenos con una cantidad de 0,001-5% en peso. Esta composición de base acuosa es aplicada sobre el elemento de fijación, entonces, es secada y finalmente curada 25 fijando la rosca del elemento revestido de fijación con una rosca recíproca de un receptor.

El documento WO 02/02991 divulga una composición adhesiva anaeróbica útil como un trabador de roscas y que comprende 60-90% en peso de un monómero de acrilato anaeróbicamente curable en una cantidad suficiente para proporcionar adhesividad tras la polimerización, 0,1-10% en peso de un iniciador de radicales libres capaz de iniciar la polimerización de radicales del monómero, 0,1-7% en peso de iones metálicos microencapsulados proporcionando una curación anaeróbica. El monómero de acrilato anaeróbicamente curable puede ser, por ejemplo, metacrilato, éster de polietilenglicol, metacrilato de poliglicol, dimetacrilato de poliglicol, resina de poliéster.

30 El documento US2008/0277060 divulga una composición adhesiva anaeróbica y de sellado que comprende al menos un componente (monómero, dímero, oligómero, prepolímero) de éster acrílico polimerizable de radicales libres y un sistema de activación para efectuar dicha polimerización de radical libre en condiciones anaeróbicas. El sistema de activación comprende un iniciador de peróxido de radicales libres y un metaloceno (acelerador) de metales de transición. Al menos uno de dicho iniciador y acelerador puede ser microencapsulado.

35 Todas estas formulaciones conocidas están basadas en compuestos de (met)acrilato en combinación con diferentes tipos de aditivos, iniciadores y aceleradores de polimerización para obtener productos curados de reacción con las características físicas, mecánicas y químicas deseadas. No obstante, existe la necesidad de formulaciones de curado anaeróbico/reticulables que son capaces de satisfacer aplicaciones que requieren un amplio intervalo de fuerza de curado sin el uso de imprimaciones e inhibidores de polimerización, y que tienen características físicas, mecánicas y químicas superiores a las de la técnica conocida.

Sumario de la invención

45 La presente invención proporciona formulaciones polimerizables anaeróbicas y de curado/reticulables en una emulsión acuosa, que se curan/reticulan en un tiempo relativamente corto, y sus productos de reacción que exhiben una fuerza mejorada de bloqueo (expresada por una separación mejorada), una resistencia mejorada contra el aceite y una elevada resistencia al calor.

50 Las formulaciones de la presente invención son en forma de pasta y pueden aplicarse fácilmente a las roscas de los tornillos y pernos para garantizar un efecto de sellado y de bloqueo; no requieren el uso de imprimación ni de inhibidores de polimerización.

55 Un aspecto de la presente invención incluye una formulación nueva que es polimerizable y curable en condiciones anaeróbicas y que es particularmente útil en su aplicación en roscas de tornillos y pernos para producir una fuerza mejorada de sellado con respecto a los resultados que pueden obtenerse usando productos de la técnica conocida. Dicha formulación comprende al menos una resina acrílica y sulfato de fenoxi-polietoxi en combinación con otros aditivos comúnmente usados en la técnica conocida. Según la presente invención, se denomina esta formulación a continuación, "formulación de sellado".

Otro aspecto de la presente invención (no según la presente invención) incluye una formulación nueva que es polimerizable y curable en condiciones anaeróbicas y que es particularmente útil en aplicaciones en roscas de tornillos y pernos para producir fuerzas mejoradas de bloqueo con respecto a los resultados que pueden obtenerse usando los productos según la técnica conocida. Dicha formulación comprende al menos un dimetacrilato, una resina acrílica, un iniciador de polimerización y de curado, un acelerador y otros aditivos comúnmente usados en la técnica conocida. Tanto el iniciador como el acelerador son usados en forma microencapsulada. Según la presente invención, se denomina esta formulación, "formulación autoblocante".

Los productos de reacción de estas formulaciones son capaces de llevar a cabo la acción requerida de sellado y de bloqueo del perno que pueden ser más o menos intensas y más o menos rápidas según el tipo de aplicación para los que son concebidos.

Las formulaciones son depositadas dentro de las roscas del tornillo por medio del equipo conocido en la técnica anterior y subsiguientemente secadas en horno, durante lo cual se aprieta la tuerca y se activa la polimerización proporcionando, así, productos de reacción que producen los resultados anteriores.

Los productos de reacción de estas formulaciones están caracterizados por una excelente resistencia a la vibración, al calor y a los productos químicos agresivos. Todos son usados anteriormente para sellar y bloquear las roscas de tornillos y dispositivos mecánicos, evitando que se aflojen y que haya fugas.

Divulgación detallada de la invención

La formulación de sellado según las reivindicaciones 1 a 4 contiene 4-8% en peso de resina acrílica y 40-70% en peso de sulfato de fenoxi-polietoxi. El sulfato de fenoxi-polietoxi usado, preferentemente, según la presente invención, es una mezcla acuosa de sulfato de amoniaco ramificado de nonilfenoxi polietoxi con una concentración de entre 40 y 45% y una solución acuosa de amoniaco al 0,1 - 0,2%.

La formulación de sellado contiene agua en una cantidad de entre 20 y 35% en peso. Es posible añadir otros aditivos a la formulación de sellado, por ejemplo, plastificantes, tintes, materiales de carga, inhibidores de corrosión, etc.

Lo que sigue es un ejemplo de una formulación de sellado según la presente invención:

agua desionizada	20-35% en peso
butilglicol	4-7% en peso
pigmento	0,1 -0,2% en peso
dióxido de titanio	2-3% en peso
amoniaco al 28%	0,1-0,6% en peso
resina acrílica (copolímeros curados en emulsión acuosa)	4-8 % en peso
Teflón® (en polvo)	9-16% en peso
sulfato nonilfenoxi-polietoxi (en emulsión acuosa)	40-70% en peso
benzoato de amonio	0,5-0,9% en peso

Las cantidades expresadas en % en peso en la presente invención se refieren al peso total de la formulación.

La formulación autoblocante (no según la presente invención) contiene dimetacrilato en una cantidad de entre 30 y 60% en peso. Una parte del dimetacrilato puede ser sustituida con dimetacrilato de diuretano y en este caso la formulación autoblocante contiene, preferentemente, el dimetacrilato en una cantidad de entre 15 y 30% en peso, mientras que se usa el dimetacrilato de diuretano en una cantidad de entre 15 y 30% en peso.

La formulación autoblocante contiene, además, 5 a 9% en peso de una resina acrílica, 2 a 4% en peso de un iniciador y 0,3 a 1,5% en peso de un acelerador. Tanto el iniciador como el acelerador son usados en forma microencapsulada.

Lo que sigue es un ejemplo de una formulación autoblocante no según la presente invención:

agua desionizada	40-60% en peso
benzoato de amonio	0,5-2% en peso
fosfato de amonio	0,05-0,2% en peso
dióxido de titanio	1-2% en peso
amoniaco al 28%	0,3-0,7% en peso
dimetacrilato (dimetacrilato de bisfenol A etoxilado)	19-27% en peso
dimetacrilato de diuretano	18-28% en peso
resina acrílica (copolímeros curados en emulsión acuosa)	5-9% en peso
pigmento	0,3-0,9% en peso
talco	0,4-1% en peso
peróxido de benzoílo	2-4% en peso

ferroceno microencapsulado 0,4-1,4% en peso

Las cantidades expresadas en % en peso se refieren al peso total de la formulación.

Según una realización preferente de la presente invención, el pH de las formulaciones de sellado y de autobloqueo se mantiene en el intervalo de 5 a 10, y más preferentemente 6 a 8.

5 El pH puede ajustarse incorporando en las formulaciones de la presente invención una cantidad eficaz de una base orgánica o inorgánica, que no interfiere con la polimerización de la resina acrílica y del dimetacrilato. Preferentemente, el pH es regulado mediante la adición de NH_4OH o NaOH para obtener una buena característica de curado de las formulaciones de sellado y de autobloqueo.

La resina acrílica que puede usarse en las formulaciones de la presente invención es una emulsión acuosa de copolímeros curados seleccionados de ACRY SOL™ ASE, 20, 60 y 75 y preferentemente ACRY SOL™ ASE 60.

10 El dimetacrilato que puede usarse en la formulación de autobloqueo no según la presente invención es dimetacrilato de bisfenol A etoxilado.

La formulación de sellado de la presente invención no contiene catalizador, por lo tanto, la acción de fijación del perno no es tan fuerte como la formulación de autobloqueo no según la presente invención, que incorpora un iniciador y un acelerador de polimerización.

15 La formulación de sellado usa una resina acrílica en combinación con sulfato de fenoxi polietoxi, la presencia de la cual tuvo un efecto sorprendente sobre el rendimiento del producto de reacción. La introducción de sulfato de fenoxi polietoxi en la formulación de sellado según la invención proporciona al producto de reacción una resistencia y una estabilidad considerables a los agentes químicos, mejorando también, al mismo tiempo, su poder de sellado.

20 Además, sorprendentemente, el sellador así formulado no requiere un tratamiento previo con imprimación sobre la superficie metálica y de plástico antes de su aplicación. Dicho tratamiento previo es esencial para permitir el anclaje de otros productos de la técnica conocida sobre las partes a las que se aplica.

25 La formulación autoblocante no según la presente invención contiene un iniciador y un acelerador de polimerización en una forma microencapsulada, que son activados cuando se aprieta la tuerca en el tornillo previamente tratado con la formulación autoblocante. La polimerización y el curado son activados en condiciones anaeróbicas y la reacción química produce inmediatamente el efecto de bloqueo entre la tuerca y el tornillo.

30 A diferencia de la técnica conocida, la formulación autoblocante no según la presente invención no contiene inhibidores de polimerización que produzcan cadenas poliméricas más cortas, dado que no solo desactivan los radicales primarios y secundarios, sino también los responsables del crecimiento del polímero. Las cadenas cortas, formadas debido a la acción de los inhibidores de polimerización, produce un efecto menor "de adhesión" y, por lo tanto, una fuerza inferior de bloqueo del perno. Además, la ausencia de inhibidores significa que la polimerización del producto depositado en el tornillo se produce antes de que se apriete el perno. Este fenómeno de "prepolimerización" afecta negativamente a la capacidad de bloqueo del producto de reacción. Para evitar dicha desventaja, la formulación autoblocante no según la presente invención está caracterizada por una parte por la ausencia de inhibidores de polimerización y por otra contiene un acelerador microencapsulado de polimerización. Preferentemente, se usa el ferroceno como un acelerador de polimerización según la presente invención.

35 Además, sorprendentemente, la formulación de bloqueo compuesta de esta forma no requiere tratamiento previo con imprimación sobre las superficies antes de su aplicación, mientras que dicho tratamiento previo es esencial para permitir el anclaje de los otros productos de la técnica conocida a las partes sobre la que se aplica.

40 El ferroceno es recubierto por medio de un procedimiento innovador mediante una película de material protector que evita su reacción con el iniciador de polimerización antes de que se haya apretado el perno. Cuando se aprieta el perno, según la invención, se rompe la película protectora como resultado del rozamiento proporcionando, así, el ferroceno para la polimerización.

45 El procedimiento usado para revestir el acelerador de polimerización no según la presente invención comprende las siguientes etapas: preparar una solución acuosa de gelatina, ajustar el pH de la solución acuosa hasta un valor entre 4 y 7, introducir un acelerador en la solución acuosa de gelatina, añadir un agente de endurecimiento de la película que recubre el acelerador y un material antiaglutinante, separar la parte sólida de la parte acuosa, lavar la parte sólida con agua y secar el producto final.

Ventajosamente, el acelerador de polimerización es ferroceno, el agente de endurecimiento es aldehído glutárico y el material antiaglutinante es sílice (SiO_2).

50 El uso de un acelerador microencapsulado de polimerización en la formulación no según la presente invención evita el uso de estabilizadores e inhibidores de polimerización lo que conlleva efectos negativos descritos anteriormente y permite la conservación del producto durante un periodo prolongado sin alterar sus características de bloqueo.

Breve descripción de los dibujos

Se aclararán características y ventajas adicionales de la presente invención a partir de la siguiente descripción, proporcionada como ejemplo no limitante, con referencia a las figuras adjuntas, en las que:

- 5 - la Figura 1 es un espectro IR del producto Multicor (aceite lubricante de motor de vehículo);
- la Figura 2 muestra dos espectros IR superpuestos de los tornillos sumergidos en el aceite y no sumergidos en el aceite, tratados con la formulación de sellado según la presente invención;
- 10 - la Figura 3 es un espectro IR del producto Torma Prot (aceite lubricante de motor de vehículo);
- la Figura 4 muestra dos espectros IR superpuestos de los tornillos sumergidos en el aceite y no sumergidos en el aceite, tratados con la formulación de sellado según la presente invención.

Descripción de las realizaciones preferentes

15 A continuación, la formulación de sellado fue sometida a ensayo de resistencia al aceite sumergiendo los tornillos tratados en dos tipos diferentes de aceite lubricante de motor de vehículo: Multicor y TormaProt.

El procedimiento de preparación de la formulación de sellado y los resultados de la resistencia al aceite y del ensayo de resistencia a la separación son proporcionados a continuación en los ejemplos, que son descritos aquí solamente a título de ejemplo no limitante de la presente invención.

Ejemplo 1

20 Los siguientes compuestos son añadidos en un turbomezclador con agitación: 30 g de agua desionizada, 4 g de butilglicol, 0,1 g de pigmento Unisperse® azul ID 30466565 y 0,2 g de solución acuosa de amoníaco 28% para obtener una mezcla con pH 6,5. Los compuestos son mezclados a una velocidad de 1400 rpm y, entonces, se añaden a la mezcla con agitación, 2 g de dióxido de titanio, 0,7 g de benzoato de amonio y 4 g de resina acrílica ACRY SOL™ ASE 60. La mezcla obtenida es colocada al vacío a 60 kPa y se mantiene la agitación durante 5 minutos. Entonces, se devuelve la mezcla a presión atmosférica y se añaden 16 g de Teflon® con agitación mientras se añaden 60 g de sulfato de fenoxi polietoxi. Se mantiene la mezcla obtenida con agitación durante 25 minutos a 80 kPa.

Para obtener un producto final con características óptimas, tales como la propiedad de viscosidad y de sellado, los tiempos y las presiones de reacción deben mantenerse como en el ejemplo.

30 El producto obtenido en este ejemplo es sometido a un ensayo de resistencia al aceite tras sumergir los tornillos que tienen superficies tratadas con el producto del Ejemplo 1. El espectro IR del producto Multicor (aceite lubricante de motor de vehículo) es registrado y se obtiene el espectro IR mostrado en la Figura 1. Las superficies externas de los tornillos son tratadas con el producto obtenido según el Ejemplo 1 y los tornillos son sumergidos en el producto Multicor. Los espectros IR registrados son mostrados en comparación en la Figura 2, que destaca la superposición de los dos espectros IR de las superficies de los tornillos sumergido 1 y no sumergido 2 en el aceite. Para concluir, se descubrió que los dos espectros IR en la Figura 2 no muestran diferencias relevantes y solamente algunas bandas de absorción de la muestra sumergida en el aceite muestran un ligero aumento, lo cual puede atribuirse a la migración a la superficie del benzoato presente en el producto de sellado. No hay nuevas bandas de absorción presentes y, por lo tanto, no se produjeron modificaciones químicas en el producto de sellado siguiendo la inmersión en el aceite del tornillo tratado con el producto del Ejemplo 1.

35 Se repitió el mismo ensayo con otro tipo de aceite lubricante de motor de vehículo, vendido con el mismo nombre Torma Prot.

45 El espectro IR del aceite Torma Prot es mostrado en la Figura 3, mientras que la Figura 4 muestra el espectro IR de las superficies externas de los tornillos sumergido en el aceite 1 y no sumergido en el aceite 2 tratados con el producto de sellado del Ejemplo 1. Los espectros IR de las superficies de los tornillos sumergidos y no sumergidos no muestran diferencias relevantes. Se observa un aumento ligero en algunas bandas de absorción de la muestra sumergida en el aceite, atribuible a la migración a la superficie del benzoato presente en el sellador. No hay nuevas bandas de absorción presentes, por ello, no se producen modificaciones químicas en el producto de sellado después de la inmersión en el aceite Torma Prot.

50 Ejemplo 2 (no según la presente invención)

55 Se colocan 55 g de agua desionizada en un turbomezclador y con agitación se añade lo siguiente: 0,6 g de pigmento UNISPERSE® ROJO ID 1996500, 0,4 g de una solución acuosa de amoníaco al 28%, 2 g de dióxido de titanio, 0,8 g de talco, 1 g de benzoato de amonio, 0,1 g de fosfato de amonio, 6 g de resina acrílica ACRY SOL™ ASE 60 y 18 g de dimetacrilato de bisfenol A etoxilado. El pH de la mezcla es 6,5. Se devuelve la temperatura de la mezcla obtenida a temperatura ambiente y se coloca la mezcla al vacío a 60 kPa y se mantiene la agitación durante 5

minutos al vacío. Entonces, se devuelve la presión de la mezcla a presión atmosférica y se añaden 21 g de dimetacrilato de bisfenol A etoxilado. La mezcla obtenida es colocada al vacío 80 kPa y se mantiene la agitación durante 20 minutos. Se añaden 3 g de peróxido benzoílico microencapsulado y 0,9 g de ferroceno microencapsulado al producto así obtenido y se agita la mezcla durante 5 minutos.

- 5 El iniciador de peróxido benzoílico es microencapsulado según el procedimiento conocido en la técnica anterior, mientras que el acelerador de ferroceno es encapsulado por medio del siguiente procedimiento.

- 10 Se añaden 80 g de agua desionizada en un mezclador, y se introducen con agitación 0,2 g de hexametáfosfato de sodio y 4 g de gelatina. Cuando se completa la introducción de la gelatina, se mantiene la agitación durante algunos minutos y se deja reposar la mezcla durante 30 minutos. Con agitación, se lleva la temperatura de la mezcla a 45-70°C y se añade el hidróxido de sodio, se enfría la mezcla hasta 43°C, se añaden 0,2 g de ácido acético y, al final, 15 g de ferroceno. La temperatura de la mezcla es enfriada a temperatura ambiente. La temperatura del producto obtenido es enfriada rápidamente hasta 10-18°C y se añaden 2 g de aldehído glutárico y 1 g de sílice (SiO₂).

- 15 Se deja reposar el producto obtenido; a continuación, se retira la solución acuosa y se lava la parte sólida con agua desionizada. Esta operación es repetida tres veces. Entonces, se filtra el producto obtenido y se coloca en un secador a 40°C durante 48 horas. El producto final es ferroceno microencapsulado.

Sorprendentemente, el producto así formulado tiene valores de separación mucho mayores que los productos en uso y los valores son muy uniformes. Se proporcionan los valores medidos de separación en un tornillo M10 según el estándar DIN 267/27 en la siguiente Tabla 1.

Ensayo n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Valor medio
Separación tras 48 horas (Nm)	30,10	27,47	31,96	31,79	31,70	30,27	26,59	29,95	29,00	28,68	29,71

- 20 Ejemplo 3 (no según la presente invención)

- 25 Se colocan 55 g de agua desionizada en un turbomezclador y se añade con agitación lo siguiente: 0,6 g de pigmento UNISPERSE® VERDE ID 30267548, 0,4 g de una solución acuosa de amoníaco al 28%, 1 g de dióxido de titanio, 1 g de benzoato de amonio, 0,1 g de fosfato de amonio y 7 g de ACRY SOL™ ASE 60 (usado como resina acrílica). Se devuelve la temperatura de la mezcla obtenida a temperatura ambiente y se coloca la mezcla al vacío a 60 kPa. Se mantiene la agitación de la mezcla al vacío durante 5 minutos. Se devuelve la mezcla a presión atmosférica y se añaden 25 g de dimetacrilato de bisfenol A etoxilado. Se coloca al vacío a 80 kPa y se mantiene con agitación durante 20 minutos.

- 30 Se añaden 2 g de peróxido benzoílico microencapsulado y 0,4 g de ferroceno microencapsulado al producto así obtenido. La mezcla es agitada durante 5 minutos. Sorprendentemente, el producto así formulado presenta valores de separación muy uniformes. Se proporcionan los valores medidos en un tornillo M10 según el estándar DIN 267/27 en la siguiente Tabla 2.

Ensayo n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Valor medio
Separación tras 48 horas (Nm)	16,80	16,15	17,00	16,31	15,60	16,30	16,21	15,50	15,31	16,75	16,19

REIVINDICACIONES

1. Una formulación de curado que comprende una emulsión acuosa de:
 - a) 4-8% en peso de al menos una resina acrílica y
 - b) 40-70% en peso de sulfato fenoxi-polietoxi.
2. La formulación según la reivindicación 1, caracterizada porque la resina acrílica es una emulsión acuosa de copolímeros curados.
3. La formulación según la reivindicación 1 o 2, caracterizada porque el sulfato fenoxi-polietoxi es una mezcla acuosa que contiene un sulfato de amonio ramificado nonilfenoxi polietoxi y una solución acuosa de amoniaco.
4. La formulación según la reivindicación 1, caracterizada porque el pH se encuentra entre 5 y 10.
5. El uso de la formulación según la reivindicación 1 como un agente de sellado en las roscas de tornillos, pernos y en los capuchones roscados o de estanqueidad.
6. El uso de la formulación según la reivindicación 5, caracterizado porque las superficies de las roscas de los tornillos, pernos y los capuchones roscados o de estanqueidad no están tratados de antemano con una imprimación.

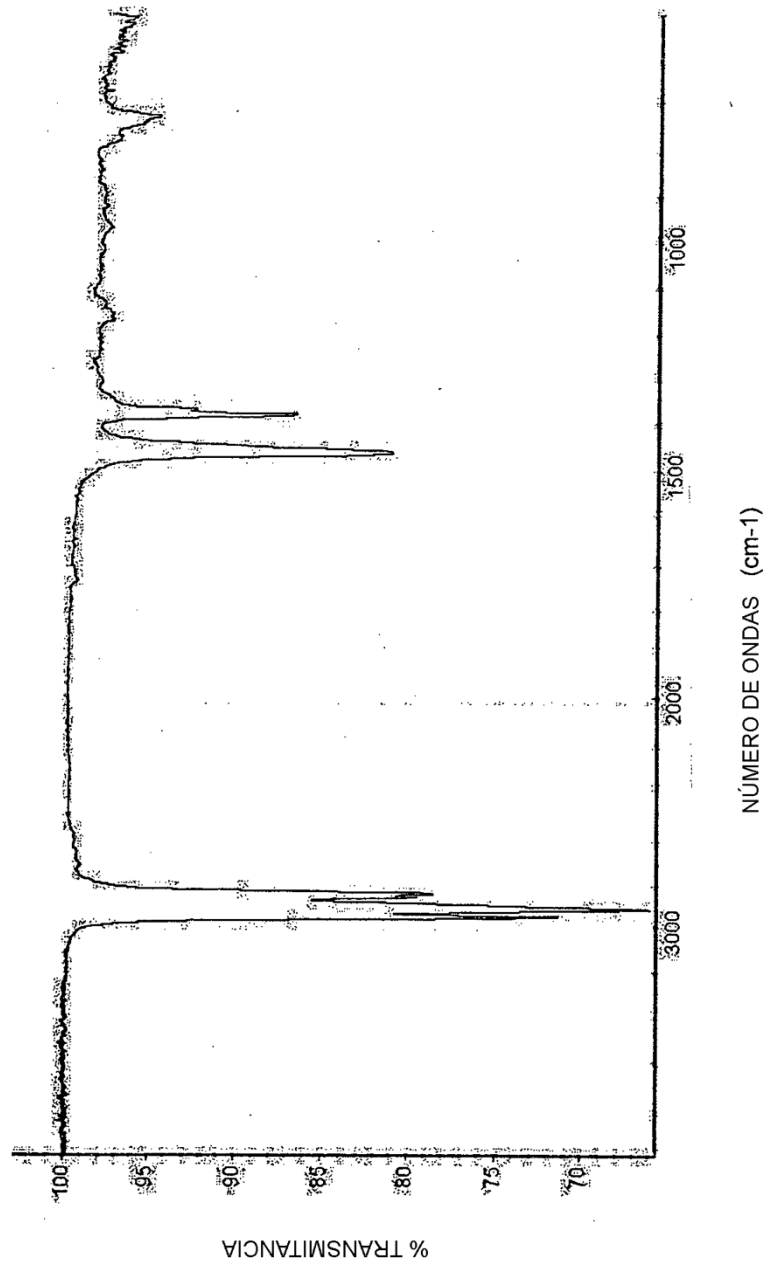


FIGURA 1

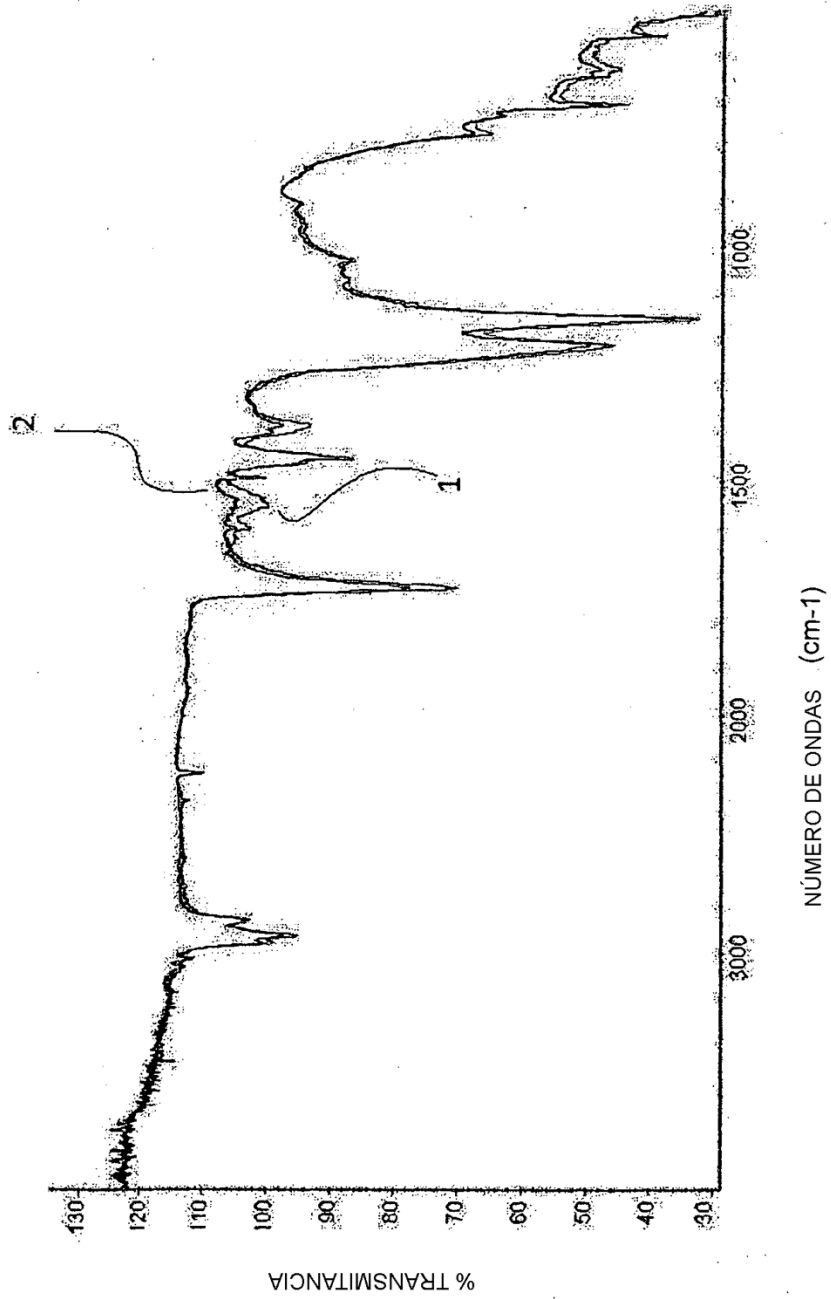


FIGURA 2

FIGURA 3

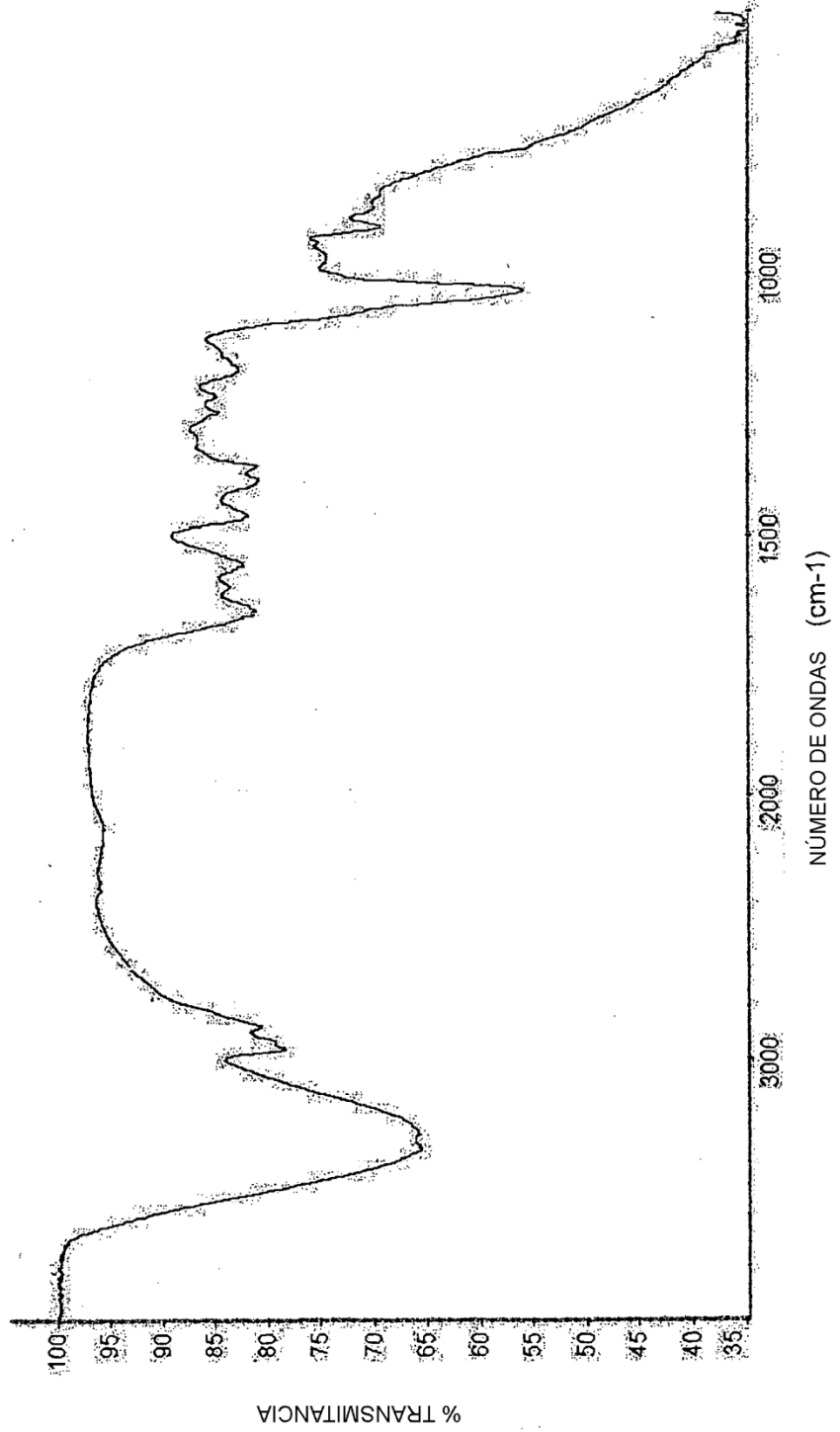


FIGURA 4

