

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES

SOLICITUD FASE NACIONAL - PCT

1 Título de la Invención(200 caracteres o espacios máximos)

COMPOSICIÓN DE CURADO RÁPIDO PARA LA FABRICACIÓN DE PISOS HÍBRIDOS DE CEMENTO Y POLIURETANO

2 Datos del Solicitante / Titular

Nombre:	SIKA TECHNOLOGY AG	Dirección Electrónica:	tobos@tobos.com.co
Dirección:	Zugerstrasse 50, CH-6340 Baar,	Domicilio/País de constitución:	SUIZA - ZUG - BAAR
Identificación: ☐ CEDULA DE CIUDADANIA ☒ EMPRESA EXTRANJERA ☐ PASAPORTE Número: 974780-			

3 Solicitantes

	Apellidos - Nombres o Razón Social	Tipo	Identificación
1.	SIKA TECHNOLOGY AG	EE	974780

4 Datos del Inventor

Nombre:	Patricia GIMENO	Dirección Electrónica:	tobos@tobos.com.co
----------------	-----------------	-------------------------------	--------------------

Dirección:		Pflasteräckerstrasse 16, 70186 Stuttgart Alemania	Domicilio/País de constitución:	ALEMANIA - BADEN- WUERTTEMBERG - STUTTGART
Identificación:				
☐ CEDULA DE CIUDADANIA		☐ CEDULA DE EXTRANJERIA		
☐ EMPRESA EXTRANJERA		☐ NIT		
☐ PASAPORTE		☒ No Aplica		
Número:		-		
5	Inventor(es)			
Apellidos - Nombres		Domicilio		
1.	GIMENO Patricia	ALEMANIA		
2.	NIETHAMMER Matthias	ALEMANIA		
3.	GROTZINGER Jochen	ALEMANIA		
4.	ZILG Carsten	ALEMANIA		
6	Datos Inventor(es)			
País de Residencia		Departamento/Estado	Ciudad	Dirección
1.	ALEMANIA	BADEN- WUERTTEMBERG	STUTTGART	Pflasteräckerstrasse 16, 70186 Stuttgart Alemania
2.	ALEMANIA	BADEN- WUERTTEMBERG	SÜßEN	Kronenweg 4, 73079 Süssen Alemania
3.	ALEMANIA	BADEN- WUERTTEMBERG	SCHWABISCH GMUND	Zeppelinweg 1/1, 73525 Schönbach Gmünd Alemania
4.	ALEMANIA	BADEN- WUERTTEMBERG	KORNTAL- MÜNCHINGEN	Daimlerstrasse 27/2, 70825 Korntal- Münchingen Alemania
7	Datos del Representante Legal / Apoderado			

Nombre:	ANDREA TOBOS MATEUS	Dirección Electrónica:	tobos@tobos.com.co
Dirección:	Calle 151 No. 18 A 34 Oficina 409	Domicilio/País de constitución:	COLOMBIA - BOGOTA D.C. - BOGOTA D.C.
Identificación: ☒ CEDULA DE CIUDADANIA ☐ CEDULA DE EXTRANJERIA ☐ EMPRESA EXTRANJERA ☐ NIT ☐ PASAPORTE Número: 52223325-			
Presentación de Poder			
Año de Radicación		2013	
Número de Radicación		13-028057	
8	Datos Solicitud: PCT / WO		
Número Solicitud:	PCT/EP2014/058489	Fecha Solicitud:	25/04/2014
Número Publicacion:	WO2014/174093	Fecha Publicacion:	30/10/2014
9	Declaraciones de prioridad	☒ SI ☐ NO	
1.	(33) País de origen EUROP PATENT ORGANIZATION(EPO)	Codigo del país EP	(31) No. Solicitud 13165592.0
			(32) Fecha 26/04/2013
10	Reivindicaciones		
Número reivindicaciones:		17	Pago Reivindicaciones: Si
11	Reducción de tasas.		
Declaro que carezco de medios económicos para presentar la solicitud de patente. ☐ SI ☒ NO Nota: En caso de ser persona natural y carecer de medios económicos, y por lo tanto, aplique la reducción de tasas a que se refiere la resolución vigente en tarifas, debe firmar la presente solicitud bajo la gravedad de juramento.			
☐ Micro, pequeñas y medianas empresas ☐ Universidades públicas o privadas ☐ Entidades sin ánimo de lucro			

Debe aportar los documentos que se indican en el numeral 17 de anexos

12 Documentos Anexos

- ☒ Reivindicaciones
- ☒ Descripción
- ☒ Dibujos y/o Figuras
- ☒ Resumen
- ☐ Certificado Depósito Material Biológico
- ☐ Uso de Conocimiento tradicional
- ☐ Listado de secuencias
- ☒ Artes finales 12 x 12 cm
- ☒ Poderes, si fuere el caso
- ☐ Copia de la primera solicitud si se reivindica prioridad
- ☐ Traducción simple de la primera solicitud, si se reivindica prioridad
- ☒ Otros Anexos



(51) International Patent Classification:

C08G 18/16 (2006.01) *C04B 28/04* (2006.01)
C04B 24/28 (2006.01) *C08G 18/18* (2006.01)
C04B 28/00 (2006.01) *C08L 75/04* (2006.01)

(21) International Application Number:

PCT/EP2014/058489

(22) International Filing Date:

25 April 2014 (25.04.2014)

(25) Filing Language:

English

(26) Publication Language:

English

(30) Priority Data:

13165592.0 26 April 2013 (26.04.2013) EP

(71) Applicant: **SIKA TECHNOLOGY AG** [CH/CH]; Zugerstrasse 50, CH-6340 Baar (CH).

(72) Inventors: **GIMENO, Patricia**; Pflasterackerstrasse 16, 70186 Stuttgart (DE). **NIETHAMMER, Matthias**; Kronenweg 4, 73079 Süssen (DE). **GRÖTZINGER, Jochen**; Zeppelinweg 1/1, 73525 Schwäbisch Gmünd (DE). **ZILG, Carsten**; Daimlerstrasse 27/2, 70825 Korntal-Münchingen (DE).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

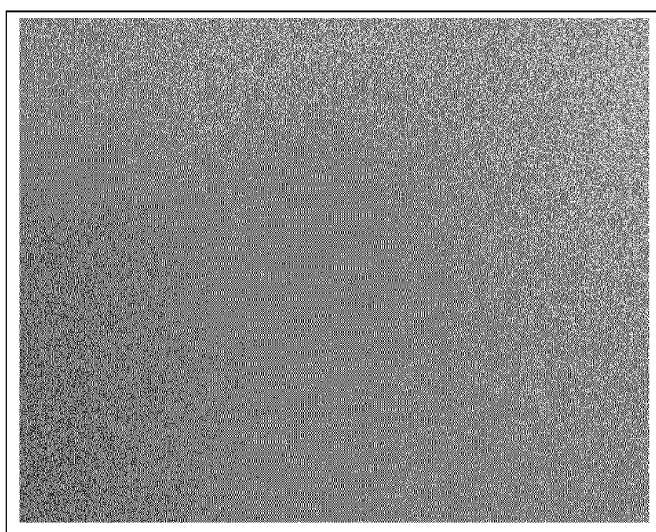
(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), European (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Published:

— with international search report (Art. 21(3))

(54) Title: FAST CURING COMPOSITION FOR THE MANUFACTURE OF POLYURETHANE CEMENTITIOUS HYBRID FLOORING

Figure 2



(57) Abstract: The present application relates to a multi-component composition comprising a polyol component comprising one or more polyols and water, a polyisocyanate component comprising methylene diphenyl diisocyanate (MDI), a powder component comprising cement, calcium hydroxide and one or more aggregates and less than 0.5 wt.-%, based on the total weight of the polyol, polyisocyanate and the powder component, of a curing accelerator component comprising an amino alcohol and an acid. Polyurethane cementitious hybrid flooring or coating systems having an improved curing speed and enhanced aesthetic properties in that they show substantially no difference in colour shade can be achieved. Blister formation can be avoided.

FAST CURING COMPOSITION FOR THE MANUFACTURE OF POLYURETHANE CEMENTITIOUS HYBRID FLOORING

5

Technical Field

The invention relates to a multi-component composition for the manufacture of a polyurethane cementitious hybrid flooring or coating, a method for the manufacture of the flooring or coating with the multi-component composition
10 and the flooring or coating obtainable by the method.

Background of the Invention

In the prior art, epoxy resin floors show satisfactory appearance, however these materials suffer from use limitations and involve the use of amines for
15 their fabrication. Further limitations are imposed by the European Union REACH regulation which is concerned with chemical substances and will affect in particular amines required for epoxy chemistry. Thus, an alternative chemistry providing materials with similar properties is required.

20 Polyurethane (PU) cementitious hybrid systems are known for the preparation of coating and flooring products which have outstanding mechanical properties. However, such PU hybrid systems suffer from slow curing especially for the polyurethane formation reaction. It is often observed, that the reaction between the polyalcohols and polyisocyanates in these systems is not finished at
25 temperatures of 20°C or below even after 24 hours. Even though the values of compressive strength after this time are good enough to be exposed to traffic, the long "into service time" is a huge disadvantage for the available systems, because it is necessary to wait more than one day when the surrounding temperatures are less than 25°C.

30

Polyurethane cementitious hybrid systems are complex systems wherein during curing of the precursor components two main reactions occur, namely the reaction of polyols and polyisocyanates to form the polyurethane and the

reaction of cement and water which is generally called hydration. Upon hydration, the cement hardens to a solid material. The hydration is usually effected in the presence of aggregates such as sand or gravel so that the aggregate particles are bound together by the cement material to obtain mortar
5 or concrete.

Admixtures of amino alcohols and acids have been known in combination with cement materials as corrosion protectives. These materials are usually added to the cement in 3 to 4 wt.-% to effect corrosion protection for example in
10 ferroconcrete applications. A known anti-corrosive agent commercialized for this purpose is e.g. FerroGard® 901 by Sika (Switzerland). This material is particularly suitable as a corrosion protective for rebars embedded in concrete.

Admixtures of amino alcohols and fatty acids in combination with ethoxylated
15 alkyl phenols have also been described as dispersion stabilizers for isocyanate-reactive organic compound/water dispersions in EP 0 383 492 A2. These dispersions can be used to formulate polyurethane/cement hybrid systems and usually employ an amount of 0.5 to 20 parts of the stabilizer on 100 parts of the isocyanate-reactive organic compound. One disadvantage of
20 the compositions of EP 0 383 492 A2 is however, that the surfaces prepared therewith exhibit a relatively high amounts of surface defects such as pinholes and blisters. This is a problem for applications, in which a smooth upper surface is required.

25 There remains a need for polyurethane cementitious hybrid systems which exhibit fast curing to provide hardened surfaces after 24 h when cured at temperatures of 20 °C or below, and at the same time provide a highly smooth surface without a considerable number of pinholes and blisters.

30 A further disadvantage with the available multi-component polyurethane cementitious hybrid systems is that even if all components are from the same batch, the application often leads to differences in the colour shade in the overlap range of two different packs. This is a huge aesthetical disadvantage.

There is therefore a need for a material which can ensure substantially identical colour shade for individual polyurethane cementitious hybrid systems being of the same composition when these systems are applied.

5

Summary of the Invention

The object of the present invention is to provide a fast curing multi-component composition for polyurethane cementitious hybrid systems which can cure at temperatures of 20°C or lower within 24 h. The system should in addition have the properties of known polyurethane cementitious hybrid systems of the prior art.

Surprisingly, this object could be achieved by using a multi-component composition which includes a curing accelerator component comprising an amino alcohol and an acid in an amount of less than 0.5 wt.-% with respect to the combined weights of the polyol, polyisocyanate and powder components. Moreover, further improved results can be achieved when the polyol component, in particular the content of water contained therein, is adapted in an appropriate manner with respect to the content of the other ingredients in the composition.

Accordingly, the present application relates to a multi-component composition comprising

- a polyol component comprising one or more polyols and water,
- a polyisocyanate component comprising methylene diphenyl diisocyanate (MDI),
- a powder component comprising cement, calcium hydroxide, and one or more aggregates, and
- less than 0.5 wt.-%, based on the combined amounts of the polyol, polyisocyanate and powder component, of a curing accelerator component comprising an amino alcohol and an acid.

- The inventive multi-component composition can be used as self-levelling or self smoothing screed or mortar and unexpectedly enables manufacture of polyurethane cementitious hybrid flooring systems which fully cure in about 24 h and do not show substantial differences in colour shade for different packs
- 5 from the same batch with regard to all components in an overlap range. In addition, the characteristics as to workability, open time, mechanical properties such as in particular compressive strength, are outstanding and comparable to those of the prior art which lack the curing accelerator component.
- 10 The system of the invention is particularly suited as a polyurethane cementitious hybrid self-levelling screed with heavy duty demands for flooring, especially industrial flooring.

Detailed Description of the Invention

- 15 Substance names beginning with "poly" such as e.g. polyol or polyisocyanate, designate substances which formally contain, per molecule, two or more of the functional groups occurring in their names.

- The term "open time" is understood to mean the duration of processability
- 20 when the components are mixed with each other. The end of the open time is usually associated with viscosity increase of the composition such that processing of the composition is no longer possible.

- The average molecular weight is understood to mean the number average
- 25 molecular weight, as determined by gel permeation chromatography (GPC).

- The multi-component composition of the invention comprises at least three individual components, which are stored separately in order to avoid spontaneous reaction, and are combined, when the polyurethane cementitious
- 30 hybrid flooring or coating is to be prepared. The components may be assembled together as a package. Further, the components preferably comprise substantially all indicated ingredients of the multi-component

composition, e.g. the polyisocyanate component comprises all polyisocyanates of the multi-component composition.

5 The components are a polyol component, a polyisocyanate component, a powder component and a curing accelerator component, which are described in the following.

The polyol component

10 The polyol component comprises one or more polyols and water. Optionally, one or more additives may be added.

Examples of suitable polyols are polyoxyalkylenepolyols, also referred to as "polyetherpolyols", polyesterpolyols, polycarbonatepolyols, poly(meth)acrylate polyols, polyhydrocarbon-polyols, polyhydroxy-functional acrylonitrile/butadiene
15 copolymers and mixtures thereof, in particular diols thereof, and mixtures thereof.

Examples of polyetherpolyols are polyoxyethylenepolyols, polyoxypropylenepolyols and polyoxybutylenepolyols, in particular
20 polyoxyethylenediols, polyoxypropylenediols, polyoxybutylenediols, polyoxyethylenetriols and polyoxypropylenetriols. Poxoxyalkylenediols or polyoxyalkylenetriols having a degree of unsaturation of less than 0,02 meq/g and having an average molecular weight in the range from 1000 to 30000 g/mol and polyoxyethylenediols, polyoxyethylenetriols, polyoxypropylenediols
25 and polyoxypropylenetriols having an average molecular weight of from 400 to 8000 g/mol are appropriate.

Further examples of polyetherpolyols are so-called ethylene oxide-terminated ("EO-endcapped", ethylene oxide-end-capped) polyoxypropylenepolyols,
30 styrene-acrylonitrile-grafted polyetherpolyols, e.g. Lupranol[®] from Elastogran GmbH, Germany.

Particularly preferred polyols to be used in the present invention are polyhydroxy-functional fats and/or oils, for example natural fats and/or oils, such as castor oil, or polyols obtained by chemical modification of natural fats and/or oils, so-called oleochemical polyols. Castor oil is particularly preferred.

5

Examples of chemically modified natural fats and/or oils are polyols obtained from epoxypolyesters or epoxypolyethers obtained, for example, by epoxidation of unsaturated oils, by subsequent ring opening with carboxylic acids or alcohols, polyols obtained by hydroformylation and hydrogenation of
10 unsaturated oils, or polyols which are obtained from natural fats and/or oils by degradation processes, such as alcoholysis or ozonolysis, and subsequent chemical linkage, for example by transesterification or dimerization, of the degradation products thus obtained or derivatives thereof. Suitable degradation products of natural fats and/or oils are in particular fatty acids and
15 fatty alcohols and fatty acid esters, in particular the methyl esters (FAME), which can be derivatized, for example, by hydroformylation and hydrogenation to give hydroxy-fatty acid esters.

The polyols mentioned above usually have a relatively high molecular weight,
20 for instance, an average molecular weight of from 250 to 30000 g/mol, in particular from 1000 to 30000 g/mol, and/or an average OH-functionality in the range from 1.6 to 3.

Further examples of suitable polyols are low molecular weight di- or polyhydric
25 alcohols, e.g., with a molecular weight of less than 250 g/mol. Examples thereof are 1,2-ethanediol, 1,2- and 1,3-propanediol, neopentylglycol, diethylene glycol, triethylene glycol, the isomeric dipropylene glycols and tripropylene glycols, the isomeric butanediols, pentanediols, hexanediols, heptanediols, octanediols, nonanediols, decanediols, undecanediols, 1,3-and
30 1,4-cyclohexanedimethanol, hydrogenated bisphenol A, dimeric fatty alcohols, 1,1,1-trimethylolethane, 1,1,1-trimethylolpropane, glycerol, pentaerythritol, sugar alcohols, such as xylitol, sorbitol or mannitol, sugars, such as sucrose, other alcohols having a higher functionality, low molecular weight alkoxylation

products of the abovementioned di- and polyhydric alcohols, and mixtures thereof.

While said low molecular weight di- or polyhydric alcohols may be used as the polyol, the use of the polyols mentioned above having a high molecular weight is preferred. In a preferred embodiment at least one of the polyols of high molecular weight mentioned above and at least one low molecular weight di- or polyhydric alcohol are used in combination. Particularly preferred is a combination of one or more polyhydroxy-functional fats and oils, such natural fats and oils, or polyols obtained by chemical modification of natural fats and oils, in particular castor oil, and one, two or more low molecular weight di- or polyhydric alcohols. In such combinations, the one or more polyols having a high molecular weight are usually used in higher amounts than the at least one low molecular weight di- or polyhydric alcohol.

As concerns the amount of the low molecular weight di- or polyhydric alcohols in the polyol component, it is preferred that this is in the range of 0 to 7 wt.-%, based on the total weight of the polyol component. Accordingly, the multi-component composition of the present application may be formulated without low molecular weight di- or polyhydric alcohols. It has been found however, that the addition of this component allows superior fine tuning of the final product properties, so that it is preferred if one or more low molecular weight di- or polyhydric alcohols are present in the composition. More preferably, the amount of low molecular weight di- or polyhydric alcohols is in the range of 1 to 5 wt.-% and most preferably the amount is about 5 wt.-%.

Apart from the one or more polyols and water, the polyol component may contain further additives. Such additives are commonly used, if desired, and typically known to the persons skilled in the art of polyurethanes. Examples of optional additives are plasticizers, pigments, adhesion promoters, such as silanes, e.g. epoxysilanes, (meth)acrylosilanes and alkylsilanes, stabilizers against heat light and UV radiation, thixotropic agents, flow improving

additives, flame retardants, surface active agents such as defoamers, wetting agents, flow control agents, deaerating agents, and biocides.

Preferably used optional additives for the polyol component are one or more of plasticizers, such as benzoates, phthalates, or diisopropylbenzen (usually a mixture of isomers), inorganic and organic pigments, defoamers, such as silicon free solvents and organo-modified polysiloxanes and emulsifiers such as calcium hydroxide.

10 The polyisocyanate component

The polyisocyanate component comprises methylene diphenyl diisocyanate. In the following, methylene diphenyl diisocyanate is abbreviated as MDI as usual. MDI is a useful compound, e.g. as a starting material for polyurethane production, and produced worldwide in millions of tons annually. A plurality of different product grades of MDI is available. "Methylene diphenyl diisocyanate" as this term is used in the present invention, includes, depending on its grade, monomeric, oligomeric and polymeric MDI. The term in the context of the polyisocyanate component encompasses all of these components in the polyisocyanate component.

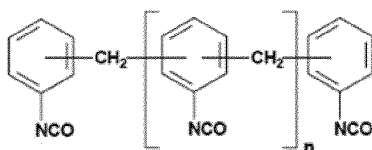
20

MDI is available in the form of three different isomers, namely 4,4'-methylene diphenyl diisocyanate (4,4'-MDI), 2,4'-methylene diphenyl diisocyanate (2,4'-MDI), and 2,2'-methylene diphenyl diisocyanate (2,2'-MDI). Commercially available MDI can be classified into monomeric MDI (also designated MMDI) and polymeric MDI (PMDI) also referred to as technical MDI. Polymeric MDI is the raw product of MDI synthesis containing MDI isomers and oligomeric species. Monomeric MDI is obtained from polymeric MDI by purification.

Monomeric MDI refers to "pure" MDI including products of a single MDI isomer or of isomer mixtures of two or three MDI isomers. The isomeric ratio can vary in wide ranges. For instance, 4,4'-MDI is a colorless to yellowish solid having a melting point of 39.5°C. Commercial monomeric MDI is often a mixture of 4,4'-MDI, 2,4'-MDI and typically very low levels of 2,2'-MDI.

Polymeric MDI includes oligomeric species in addition to MDI isomers. Thus, polymeric MDI contains a single MDI isomer or isomer mixtures of two or three MDI isomers, the balance being oligomeric species. Polymeric MDI tends to have isocyanate functionalities of higher than 2. The isomeric ratio as well as the amount of oligomeric species can vary in wide ranges in these products. For instance, polymeric MDI may typically contain about 30 to 80 wt.-% of MDI isomers, the balance being said oligomeric species. As in the case of monomeric MDI, the MDI isomers are often a mixture of 4,4'-MDI, 2,4'-MDI and very low levels of 2,2'-MDI. Polymeric MDI is typically a brown or dark amber liquid at room temperature (23°C).

The oligomeric species are oligomers having a NCO functionality of 3 or higher. The oligomeric species are a result of the synthesis process and can be represented by the following formula



wherein n is 1 to 4 and higher. The amount of the homologues decreases with increasing chain length. The total content of homologues with n higher than 4 is generally not very high.

A wide variety of polymeric MDI grades is available with varying characteristics as to the number, type and content of isomers and oligomeric species, isomeric ratio, and weight distribution of the oligomeric homologues. These characteristics depend on type and conditions of synthesis and purification procedures. Moreover, the characteristics can be adjusted, e.g., by mixing different MDI grades according to the needs of the customer.

According to the present invention, in the MDI used at least 40 wt.-%, and preferably at least 45 wt.-% of the MDI isomers are 4,4'-MDI.

With regard to 2,4'-MDI present in the polyisocyanate component, it is preferred that this is present in amounts of less than 30 wt.-% and preferably less than 25 wt.-% of the whole polyisocyanate component. Moreover, it is
5 preferred, that the polyisocyanate component comprises 2,4'-MDI and 4,4'-MDI in a ratio of 10:90 to 40:60.

The ratio of 2,4'-MDI and 4,4'-MDI has an impact on the potlife of the multi-component composition. In higher temperature environments such as for
10 example at 20 to 35°C, the polyisocyanate reaction is faster so that it is necessary to employ a lower content of 2,4'-MDI isomers to obtain similar potlife. For such climates, it is thus preferred that the 2,4'-MDI content in the composition is in the range of 4 to 12 wt.-%, preferably 5 to 10 wt.-% based on the total weight of the polyisocyanate composition. For such climates, it is
15 further preferred that the ratio of 2,4'-MDI/4,4'-MDI is 10-20 : 90-80. For regular working temperatures of 5 to 20 °C found e.g. in northern European climates, it is necessary that the 2,4'-MDI content is higher ensuring faster reaction at low temperatures. For such applications, the content of 2,4'-MDI is preferably in the range of 10 to 30 wt.-%, more preferably 15 to 25 wt.-% based on the total
20 weight of the polyisocyanate component. Likewise, the ratio of 2,4'-MDI vs. 4,4'-MDI is preferably higher for such applications such as in particular 20 - 40 : 80 - 60, preferably 25 - 35 : 65 - 75.

The polyisocyanate component may optionally comprise one or more further
25 additives such as solvents in relatively small amounts, e.g. up to 10 wt.-% of the additives all together, preferably up to 5 wt.-% and more preferably up to 2 wt.-% based on the total weight of the polyisocyanate component. Suitable solvents for addition to the polyisocyanate compound include but are not limited to esters, ketones, hydrocarbons and chlorinated hydrocarbons. It is
30 generally preferred however that the polyisocyanate component consists of MDI, i.e. monomeric MDI and/or polymeric MDI. Since the MDI products are technical products, they may, of course, include low quantities of impurities.

The powder component

The powder component comprises cement, calcium hydroxide and/or calcium oxide, and one or more aggregates.

- 5 As the cement, any conventional cement type or a mixture of two or more conventional cement types may be used, for example, cements classified according to DIN EN 197-1: Portland cement (CEM I), Portland composite cement (CEM II), blast furnace cement (CEM III), pozzolanic cement (CEM IV) and composite cement (CEM V). These main types are divided into 27
10 subtypes, known to those skilled in the art. Of course, cements produced in accordance with another standard, such as according to ASTM Standard or Indian Standard are also suitable.

Portland cement is the most common type of cement and appropriate for the
15 present application. This cement is in general in use around the world, because it is a basic ingredient of concrete, mortar, stucco and most non-specialty grout. It is a fine powder produced by grinding Portland cement clinker (more than 90%) with a limited amount of calcium sulphate which controls the set time, and up to 5% minor constituents as defined by the European standard EN
20 197.1.

A preferred cement is white cement, such a white cement I-52:5 and I-42,5R. White cement is a Portland cement with a low iron oxide content. It is similar to ordinary, gray Portland cement except for its high degree of whiteness.

25

The powder component further comprises calcium hydroxide, also known as hydrated lime, and/or calcium oxide. This material can be purchased as a white powder. Calcium hydroxide, respectively calcium oxide plays an important role in the composition by controlling the workability and avoiding blister formation
30 from CO₂ produced in the reaction of isocyanate with water from the polyol component.

In addition, the powder component comprises one or more aggregates.

Aggregates are chemically inert, solid particulate materials and come in various shapes, sizes, and materials ranging from fine particles of sand to large, coarse rocks. Examples of particularly suitable aggregates are sand, gravel, and crushed stone, slag, calcined flint, and lightweight aggregates such as clay, pumice, perlite, and vermiculite. Sand, in particular silica sand, is preferably used to adjust the workability required to obtain a smooth surface.

The grain size of the aggregates is preferably rather small, e.g. less than 5 mm. The aggregate may have, for example, a grain size in the range of 2 mm to 0.05 mm, wherein sand, in particular silica sand, having a grain size in the range of 0.1 to 1 mm is particularly preferred. For instance, sand having a grain size ranging from 0.3 to 0.8 mm or from 0.1 to 0.5 mm or combinations thereof can be advantageously used in the present invention. The grain size range can be determined, e.g. by sieve analysis.

The powder component may additionally comprise one or more additives which are commonly used, if desired, and typically known to the persons skilled in the art of cement applications. Examples of suitable additives, which may be optionally used in the powder component, are superplasticizers, preferably based on polycarboxylate ethers, mineral oil, castor oil, and inorganic or organic pigments.

The amount of additives in the powder component preferably does not exceed 10 wt.-%, based on the total weight of the powder component, more preferably the amount of additives is 5 wt.-% or less and even more preferably the amount is 2 wt.-% or less.

The curing accelerator component

As stated above, the curing accelerator component comprises an amino alcohol and an acid and is added to the composition in amounts of less than 0.5 wt.-% of the combined amount of the polyol, polyisocyanate and powder component. The curing accelerator component can be provided in form of a

component, which is physically separated from the other components, or the curing accelerator can be added directly to the polyol component, provided the component is uncreative towards the ingredients of the curing accelerator component. In the practice of the present application, it is preferred however to
5 provide the curing accelerator as a separate component, as this allows to adjust its amount to be added depending on the temperature conditions at the site of application.

With regard to the acid, the present application is not significantly limited, it is
10 preferred however that the acid is a weak acid, i.e., an acid having a pKa of 3.5 or more. Even though, the acid can be an inorganic or an organic acid. A preferred inorganic acid for use in the present application is boric acid. Preferred organic acids are aromatic acids such as e.g. benzoic acid. Since boric acid has not been registered with REACH, the use of aromatic acids is
15 particularly preferred in the practice of the present invention.

The amino alcohol is preferably an alkyl amino alcohol, more preferably an alkyl amino alcohol having 1 to 6 carbon atoms in the alkyl group. Preferred examples of such alkyl amino alcohols are monoethanolamine (MEA),
20 diethanolamine (DEA), triethanolamine (TEA), dimethylethanolamine (DMEA), N-methyl-diethanolamine (MDEA), Diethylethanolamine (DEEA), and ethyldiethanolamine (EDEA).

In addition to the afore-mentioned components, the curing accelerator
25 component may further comprise a plasticiser for cementitious materials. Plasticisers for cementitious materials are well-known in the art and include sulphonated melamine formaldehyd resins, sulphonated melamine urea formaldehyd resins and polycarboxylate polymers. Preferred plasticisers for use in the present application are sulphonated melamine resins and/or
30 polycarboxylated polymers, in particular polycarboxylated graft polymers having carboxyl functional groups in the backbone and pendant non-charged polymeric chains grafted to the backbone. Respective plasticizers are available

e.g. From Sika (Switzerland) under the trade names Viscocrete® and Sikament® FF 86.

- 5 The curing accelerator component of the present application on the other hand is preferable substantially free from ethoxylated alkyl phenol additives, which have been described for use with amino alcohols and fatty acids as dispersion stabilizers of isocyanate reactive polyols. Accordingly, the curing accelerator component preferably comprises not more than 5 wt.-%, more preferably not more than 2 wt.-% and most preferably no added ethoxylated alkyl phenols.
- 10 The indicated wt.-percentage is relative to the total weight of the curing accelerator component.

- The amount of curing accelerator necessary to ensure sufficient acceleration of cure can be adjusted to the needs of the application. It is preferred however,
- 15 that the content of the curing accelerator component in the composition is 0.25wt.-% or less, in particular 0.1 wt.-% or less, based on the total weight of the polyol, polyisocyanate and the powder component. A highly preferred content of the curing accelerator component is in the range of from 0.005 to 0.025 wt.-%, especially 0.01 to 0.015 wt.-% based on the total weight of the
- 20 polyol, polyisocyanate and the powder component. If the amount of additive component is less than 0.005 wt.-%, it cannot be ensured that the material is fully cured at temperatures of 20 °C or less after 24h. If on the other hand the percentage of the additive component is in excess of 0.025 wt.-%, this leads to an undesirable reduction of the open time of the product and the observation of
- 25 pigment flotation.

Suitable proportions for the polyol, polyisocyanate and powder component in the multi-component composition

- By adjusting the proportions of the ingredients within the components and
- 30 between the components in a suitable manner, the improvements of the present invention can be significantly enhanced. Such suitable proportions are described in the following. The ingredients indicated refer to the ingredients in the particular component as discussed above. Ratios referring to ingredients in

different components relate to correct proportions of each component according to the operating instructions, i.e. to the mixing ratio to be used for mixing the components and, in use to the mixture of the components prepared.

- 5 In a preferred embodiment, the polyol component, the polyisocyanate component and the powder component account for 10 to 25 wt.-%, 10 to 25 wt.-% and 50 to 80 wt.-%, respectively, of the combined amount of the polyol, polyisocyanate, and powder components.
- 10 As to the mixing ratio of the polyol, polyisocyanate and powder component, the weight ratio of the polyol component to the polyisocyanate component is preferably in the range of 40 : 60 to 60 : 40, and more preferably in the range of about 50 : 50.
- 15 The weight ratio of the combined polyol and polyisocyanate components to the powder component is preferably in the range of 1:1 to 1:5, more preferably in the range of 1:2 to 1:3. Said mixing ratios are particularly preferred, if the polyol component, the polyisocyanate component and the powder component are formulated according to the proportions outlined above.
- 20 The multi-component composition of the invention is further preferably formulated such that the content of water is in the range of 4.5 to 6.5 wt.-%, the content of the MDI is in a range of from 15 to 17 wt.-% and the content of cement is in the range of 16 to 25 wt.-%, based on the total weight of the
- 25 polyol, polyisocyanate and the powder component.

Differences in the amount of water can influence not only the finished surface of the product, but also the physical properties such as compression strength, workability and open time. Therefore, the proportion of water with respect to

30 the other ingredients is to be determined carefully.

The amount of water in the polyol component is preferably in the range of from 10 to 50 wt.-%, more preferably in the range of from 20 to 40 wt.-% and most

preferably in the range of from 25 to 30 wt.-%. It is further preferred that the amount of water with regard to the combined amounts of the polyol, polyisocyanate and powder component is in the range of 4.5 to 6.5 wt.-%.

- 5 In the powder component, the calcium hydroxide (hydrated lime) or calcium oxide plays an important role. The absence of calcium hydroxide would lead to the formation of big bubbles on the cured products surface due to the formation of CO₂ by the reaction of the polyisocyanate compound and water present in the polyol component. On the other hand, too high amounts of calcium
- 10 hydroxide have an unfavourable impact on the workability of the system. A preferred amount of calcium hydroxide in the powder component is thus in the range of from 2 to 8 wt.-%, preferably 4.5 to 6 wt.-% based on the total weight of the powder component. Calcium oxide on hydration forms calcium hydroxide and thus serves the same purpose as the calcium hydroxide.

15

With regard to the total multi-component composition, a preferred content of calcium hydroxide is 1.4 to 5.6 wt.-%, preferably 3.1 to 4.2 wt.-% based on the combined amounts of the polyol, polyisocyanate and powder component.

- 20 The ratio of water to calcium hydroxide in the multi component composition is generally in the range of 0.80 to 4.6 : 1 preferably in the range of from 1.5 to 3.5 :1.

- The molar ratio of the NCO groups to alcoholic OH groups in the multi-
- 25 component composition is preferably in the range of from 1.5:1 to 3:1, more preferably in the range of from 2:1 to 2.5:1. Such molar ratio leads to an improvement of the compressive strength of the finished product.

- The polyol component is preferably formulated such that the polyol content is in
- 30 the range of 20 to 60 wt.-%, preferably 30 to 50 wt.-%, and in particular 32 to 43 wt.-%, based on the total weight of the polyol component.

The powder component is preferably formulated such that at least one of the following conditions is fulfilled, each based on the total weight of the powder component:

- 5 a) the cement content is in the range of 8 to 45 wt.-%, preferably 26 to 30 wt.-%,
- b) the calcium hydroxide content is in the range of 2 to 8 wt.-%, preferably 4.5 to 6 wt.-%,
- c) the aggregates content, preferably sand, is in the range of 50 to 90 wt.-%, preferably 60 to 80 wt.-%.

10

In a preferred embodiment, both the polyol component and the powder component are formulated according to the proportions outlined above. Moreover, it is preferred that the polyisocyanate component consists of MDI.

15 Use of an acid/aminoalcohol mixture as a curing accelerator

- A further aspect of the present application is directed to the use of an admixture of an amino alcohol and an acid to increase the curing speed of a composition comprising one or more polyols, MDI, cement, aggregates, calcium hydroxide and/or calcium oxide, and water. In a preferred embodiment
- 20 of this use, the admixture of the amino alcohol and the acid is added to the composition comprising one or more polyols, MDI, cement, aggregates, calcium hydroxide and/or calcium oxide, and water in an amount of less than 0.5 wt.-%, in particular in an amount of from 0.005 to 0.05 wt.-%, and more preferably 0.01 to 0.025 wt.-%, and even more preferably 0.01 to 0.015 wt.-%.
- 25 An amount of the admixture of 0.01 to 0.015 wt.-% is particularly preferred, if the admixture is provided as a combination with polyol component or if the application temperature of the composition is in the range of 20 to 35 °C and the admixture is provided as a fourth component. If the application temperature of the composition is in the range 15 to 20 °C, the amount of the admixture is
- 30 preferably higher, namely in the range of 0.01 to 0.03 wt.-%, while at application temperatures of below 15 °C the preferred amount of the admixture is in the range of 0.03 to 0.05 wt. %. Further preferred embodiments of this use are the same as mentioned above for the multi-component composition.

Method for the manufacture of a polyurethane cementitious hybrid flooring or coating

The multi-component composition of the invention is suitable to prepare a
5 polyurethane cementitious hybrid flooring or coating. The method comprises

- mixing the polyol component and the polyisocyanate component,
- adding the powder component and the curing accelerator component
10 to the mixture of polyol component and the polyisocyanate
component and agitating the same to obtain a substantially
homogeneous mixture
- applying the substantially homogeneous mixture to a substrate, and
- curing the applied mixture to obtain the cementitious flooring or
coating.

15

A typical layer thickness e.g. ranges from 2 to 6 mm. The application
temperature is preferably from about 8 to 35°C. Fast curing in less than 24 h
for a wide range of temperatures can be achieved. Application of a top sealer is
not required so that one day application is possible. "Substantially" in the
20 above context means, that the compositions appears to be homogeneous to
the human eye.

The multi-component composition is suitable as a self-levelling system or
screed. The method provides flooring and coating systems which can be
25 sufficiently cured within 24 h even at temperatures of below 20°C and which
have no differences in the colour shade for two different packs being from the
same batch of all components in the overlap range.

The invention is further explained in the following experimental part which,
30 however shall not be construed as limiting the scope of the invention. The
proportions and percentages indicated are by weight, unless otherwise stated.

Examples

The ingredients indicated in Table 1 below are mixed to form the polyol component, or the polyisocyanate component and the powder component. The amounts given are in parts by weight. For application, the components were mixed in a weight ratio of 14.3:14.3:71.4, respectively, as shown in Table 1.

- 5 The last column shows the percentage portion by weight of each ingredient, based on the total weight of the three components.

The composition of MDI used is as follows: 22 wt.-% of 2,4'-MDI, 50% of 4,4'-MDI (by weight) the balance being oligomeric species.

10

Table 1

	Component A	Component B	Component C	Ratio A:B:C	A+B+C (%)
Component A	100			14.3	
Component B		100		14.3	
Component C			100	71.4	
castor oil LV-117	32-43				4.8-6.45
plasticizer	17-20				2.6-3
defoamer	0.4-2				0.3-0.6
pigment	0.6-4				0.6-0.9
water	25-30				3.75-4.5
MDI		100			14-15
silica sand, 0.3-0.8 mm			35		24.5
silica sand, 0.1-0.5 mm			35		23.8
hydrated lime			4.5-6		3.2-4.2
white cement CEM			26-30		18.2-21

- 15 The above three component mixtures were formulated with different amounts of FerroGard® 901 containing an alkyl amino alcohol, boric acid, a plasticizer (Sikament® FF86) and water. The amount of Ferrogard added was from 0.005 to 0.025 wt.-% with regard to the total amount of the polyol, polyisocyanate and

powder component. In a second set of experiments, the boric acid in Ferrogard 901 was replaced by benzoic acid.

The curing accelerator was mixed with the other three components to obtain a homogeneous mixture and hardened at 8°C, 20°C and 35°C, respectively. The results of the investigations with boric acid are shown in the following tables 2 through 4.

10

Table 2

	% Ferrogard 901/ (A+B+C)														
	0,005%			0,01%			0,015%			0,02%			0,025%		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Workability / Ease of placement	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐
Pot life at 8 °C	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Forming of blisters	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Forming of pinholes	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☐	☒	☐
Homogeneity of colour shade	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Curing at 8 °C after 24 h	☐	☐	☒	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐

Table 3

	% Ferrogard 901/ (A+B+C)														
	0,005%			0,01%			0,015%			0,02%			0,025%		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Workability / Ease of placement	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Pot life at 23 °C	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐
Forming of blisters	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Forming of pinholes	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Homogeneity of colour shade	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐

Curing at 23 °C after 24 h	☐	☐	☒	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
----------------------------	--------------------------	--------------------------	-------------------------------------	-------------------------------------	--------------------------	--------------------------	-------------------------------------	--------------------------	--------------------------	-------------------------------------	--------------------------	--------------------------	-------------------------------------	--------------------------	--------------------------

Table 4

	% Ferrogard 901/ (A+B+C)														
	0,005%			0,01%			0,015%			0,02%			0,025%		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Workability / Ease of placement	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Pot life at 35 °C	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐
Forming of blisters	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Forming of pinholes	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☐	☐	☒	☐	☐	☒
Homogeneity of colour shade	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Curing at 35 °C after 24 h	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐

In the above Tables "1" designated the best, while "3" designates the worst result.

5

The blistering test in the above tables was performed as follows: A wooden board of 0.3 x 0.26 m was primed with Sikafloor® 161 and fitted with a wooden frame of 5 mm height. The separate components and the wooden board were stored at 8°C, 23°C and 35°C for 16-24 h. Then, 1 kg of the material was mixed for 3 min at 900 rpm and applied on the primed board to obtain a layer of 4 mm thickness. The surface was spike-rolled and the board was placed back in an environment at 8°C, 23°C and 35°C and cured. After curing, the surface was evaluated for cracks and blisters.

As can be seen from the above tables, all compositions cure and form satisfying coatings under the reaction conditions. The results with FerroGard® 901 addition in the range of 0.01 to 0.015 wt.-% were in total better than those with less or more additive. When a lower amount of additive was used, the cure was not completed after 24 h while amounts of 0.020 wt.-% or more led to less favourable workability of the product and in some cases also to the formation of pinholes. At 23°C, compositions with 0.020 wt.-% of curing accelerator performed less suitable in terms of their potlife. For the curing at 35 °C an amount of curing accelerator in the range of 0.005 wt.-% and 0.015 wt.-%

provided the best results. When the amount of additive was increased over 0.015 wt.-%, the potlife was less favourable and also some pinholes were observed.

- 5 Further properties of the materials in Tables 2 to 4 are presented in the following Table 5. The properties in this Table were determined as follows:

The flowability/workability was determined at the indicated temperature at 50% relative humidity using the cone described in DIN 1015-3, but without tamping
10 the material. For the determination, 1 kg of material (at the indicated temperature, 50% relative humidity) was mixed for 3 min at 900 rpm. The cone was set on the glass sheet, filled to the rim, lifted and the diameter of the resulting circle was determined after 10 min

15 Pot life:

1 kg of the material was mixed for 3h at 900 rpm and applied in 6 mm thickness in a plastic lid of 25 cm diameter and after certain times, the diameter was scratched with a pallet knife. The longest time at which the mark still heals itself was taken as the pot life.

20

Compressive strength:

Samples of 4 x 4 x 16 cm were prepared by filling moulds with the respective materials. The samples were then taken out of the moulds after 24 h and the test was carried out in line with EN 13892-2 (DIN EN 196-1) after 1 d, 7 d and
25 28 d of curing at 8°C, respectively 23°C, at 50% relative humidity. The increase of load for the compressive strength is 2400 ± 200 N/s. The value presented for the compressive strength in table 5 is the mean of six individual measurements.

30 Shore hardness:

Samples of 4.5 mm thickness were cast and cured at the respective temperatures (8°C, 23°C/50% relative humidity and 35°C). The hardness measurement was done with a shore D durometer with automatic gauge at 3s

- and 15s. The distance between the measuring points was at least 13 mm apart from the edge of the test specimen. The scale was read in accordance with DIN EN ISO 868 after 3 s and 15 s, respectively. Three measurements were taken at different times over 28 d and the mean of these measurements is shown in Table 5.

Table 5

% Ferrogard/A+B+C	0%	0.005-0.010%	0.015%	0.020-0.025%
Application T				
Lower limit	8°C	8°C	8°C	8°C
Upper limit	35°C	35°C	35°C	35°C
Flowability/ Workability				
8°C	275mm-290mm	275mm-290mm	275mm-285mm	265mm-275mm
23°C	305mm-335mm	305mm-335mm	305mm-330mm	300mm-325mm
35°C	305mm-335mm	305mm-335mm	310mm-335mm	305mm-325mm
Pot life				
8°C	> 40 min	> 40 min	> 40 min	> 40 min
23°C	26min	26min	24min	22min
35°C	18min	16min	15min	12min
Compressive strength 8°C				
1d	0N/mm ²	0 N/mm ²	1-2 N/mm ²	1-2 N/mm ²
7d	35-38 N/mm ²	35-38 N/mm ²	45-48 N/mm ²	45-48 N/mm ²
28d	48-52 N/mm ²	48-52 N/mm ²	50-52 N/mm ²	50-52 N/mm ²
Compressive strength 23°C				
1d	30-35 N/mm ²	30-35 N/mm ²	35-38 N/mm ²	35-38 N/mm ²
7d	45-48 N/mm ²	45-48 N/mm ²	50-52 N/mm ²	50-52 N/mm ²
28d	50-52 N/mm ²	50-52 N/mm ²	55-60 N/mm ²	55-60 N/mm ²
Hardness Shore D 8°C				
17h	2	3	10	14
24h	5	18	28	29
48h	10	53	60	65
7d	78	79	78	81
28d	82	82	81	82
Hardness Shore D 23°C				
17h	61	66	69	73
24h	71	72	75	78
48h	79	79	79	80
28d	82	82	83	83

Example 2

- 10 To investigate whether differences in the colour shade during application of two different packs of the same material comprising the same batch of all components could be reduced, two packs of polyol, polyisocyanate and powder component were admixed either with or without 0.01 wt.-% of FerroGard® 901 and applied next to each other on a patch of 2 m². The results of these

investigations are shown in Figures 1 and 2. Figure 1 is the Sample without FerroGrad® whereas Figure 2 shows the ample with 0.01 wt.-% FerroGrad®. As can be observed from the figures, the surface finish was improved and differences in colour shade between the two packs were almost not visible with

5 the Sample containing FerroGard® additive. The regular sample without FerroGrad® in contrast showed visible colour shade differences.

Claims

1. A multi-component composition comprising
 - a polyol component comprising one or more polyols and water,
 - a polyisocyanate component comprising methylene diphenyl diisocyanate (MDI),
 - a powder component comprising cement, calcium hydroxide, and one or more aggregates, and
 - less than 0.5 wt.-%, based on the total amount of the polyol, polyisocyanate and powder component of an curing accelerator component comprising an amino alcohol and an acid.
2. The multi-component composition of claim 1, wherein the curing accelerator component comprises an alkylamino alcohol and an acid having a pKa of 3.5 or more, preferably boric acid or benzoic acid.
3. The multi-component composition of claim 1 or 2, wherein the additive component further comprises a plasticizer for cementitious materials, preferably based on sulfonated melamine and/or a polycarboxylate ether polymer.
4. The multi-component composition of any one of claims 1 to 3, wherein the content of curing accelerator component in the composition is 0.005 to 0.05 wt.-%, preferably 0.01 to 0.015 wt.-%, based on the total weight of the polyol, polyisocyanate and the powder component, and wherein the curing accelerator is preferably provided in admixture with the polyol component.
5. The multi-component composition of any one of claims 1 to 3, wherein the curing accelerator is separate from the polyol, polyisocyanate and powder component and is present in an amount of from 0.005 to 0.05

wt.-%, more preferably 0.01 to 0.015 wt.-%, 0.01 to 0.03 wt.-% or 0,03 to 0,05 wt %.

- 5 6. The multi-component composition according to any one of the preceding claims, wherein the at least one polyol comprises a polyhydroxy-functional fat or oil and/or a polyol obtained by chemical modification of a natural fat or oil, preferably wherein the polyol comprises castor oil.
- 10 7. The multi-component composition according to any one of the preceding claims, wherein water accounts for 10 to 50 wt.-% of the polyol component.
- 15 8. The multi-component composition according to any one of the preceding claims, wherein the polyisocyanate component comprises 2,4'-MDI and 4,4'-MDI in a ratio of 10:90 to 40:60.
- 20 9. The multi-component composition according to any one of the preceding claims, wherein the powder component comprises 2 to 8 wt.-%, preferably 4.5 to 6.0 wt.-%, of calcium hydroxide.
10. The multi-component composition according to any one of the preceding claims, wherein the powder component comprises 2 to 8 wt.-%, preferably 4.5 to 6.0 wt.-%, of calcium oxide.
- 25 11. The multi-component composition according to any one of the preceding claims, wherein the powder component comprises 60 to 80 wt.-% of the aggregates, preferably wherein the aggregates comprise sand.
- 30 12. The multi-component composition according to any one of the preceding claims, wherein the polyol component, the polyisocyanate component and the powder component account for 10 to 25 wt.-%, 10 to 25 wt.-% and 50 to 80 wt.-%, respectively, of the combined amount of polyol, polyisocyanate and powder component.

13. The multi-component composition according to any one of the preceding claims, wherein

- the content of water is in the range of 4.5 to 6.5 wt.-%,
- the content of the MDI is in the range of from 15 to 17 wt.-%, and
- the content of cement is in the range of 16 to 25 wt.-%, based on the total weight of the polyol, polyisocyanate and the powder component.

14. The multi-component composition according to any one of the preceding claims, wherein the molar ratio of NCO groups to alcoholic OH groups is in the range of 1,5 : 1 to 3 : 1, preferably in the range of 2 : 1 to 2,5 : 1.

15. Use of an admixture of an amino alcohol and an acid to increase the curing speed of a multi-component composition comprising a polyol, MDI, cement, aggregates, calciumhydroxide and/or calcium oxide, and water.

16. Method for the manufacture of a polyurethane cementitious hybrid flooring or coating with a composition according to any one of claims 1 to 14, wherein the method comprises

- mixing the polyol component and the polyisocyanate component
- adding the powder component and the curing accelerator component to the mixture of polyol component and the polyisocyanate component and agitating the same to obtain a substantially homogeneous mixture
- applying the substantially homogeneous mixture to a substrate, and
- curing the applied mixture to obtain the cementitious flooring or coating.

17. Flooring or coating, obtainable by the method of claim 16.

Figure 1

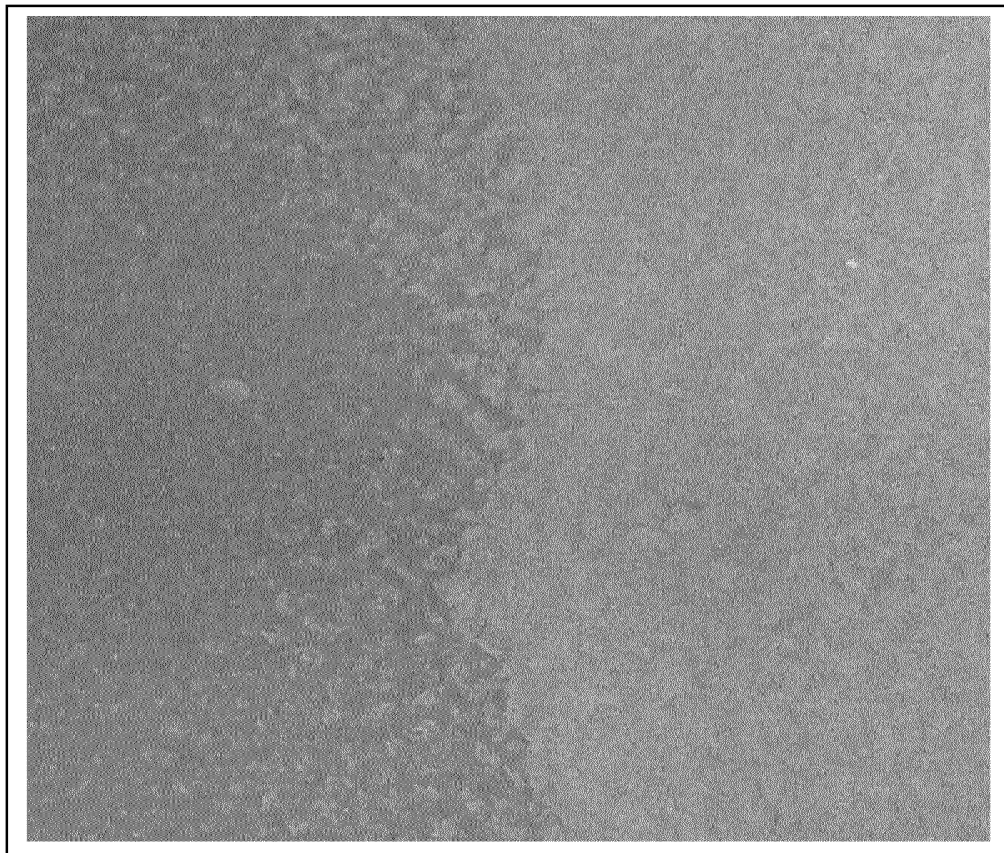
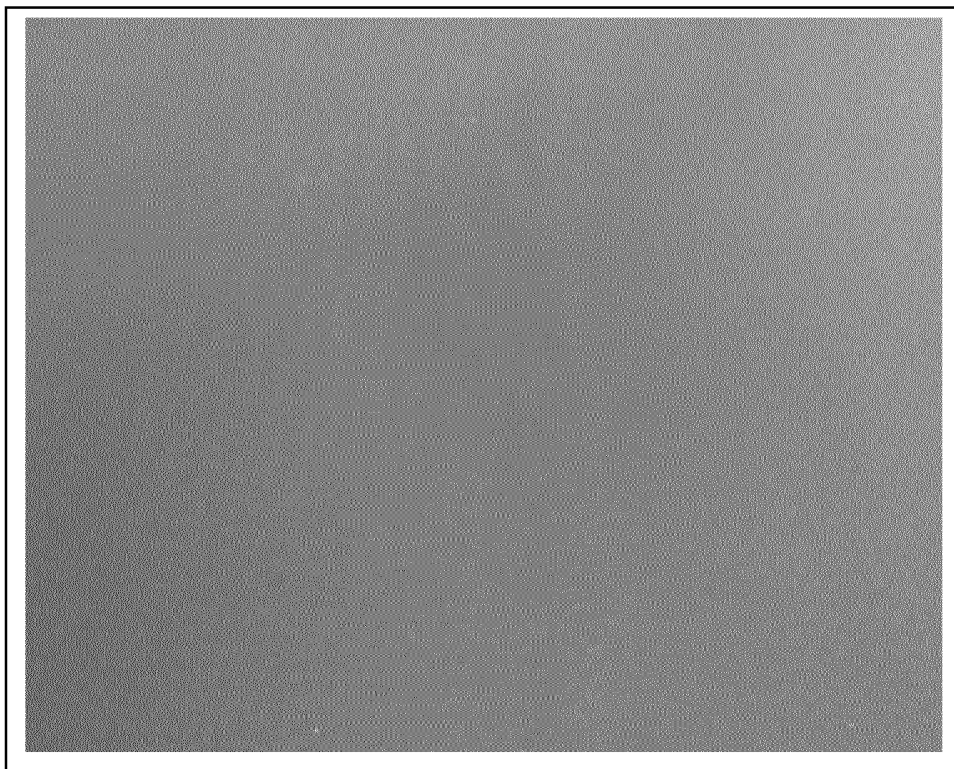


Figure 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2014/058489

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C08G18/16 C04B24/28 C04B28/00 C04B28/04 C08G18/18 C08L75/04 ADD. According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC				
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C08G C04B C08K C08L Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data				
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT				
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.		
X	EP 0 383 492 A2 (ICI PLC [GB]) 22 August 1990 (1990-08-22) page 2, lines 1-8 page 6, lines 34-45 example 1 -----	1-16		
A	AU 426 554 B2 (HODOGAYA CHEMICAL CO. LTD.) 28 July 1972 (1972-07-28) page 5, lines 25-27; examples 1-4 -----	1-16		
A	US 3 977 889 A (SHEARING HERBERT JACKSON) 31 August 1976 (1976-08-31) column 1, lines 4-6; example 1 -----	1-16		
A	EP 2 457 937 A1 (SIKA TECHNOLOGY AG [CH]) 30 May 2012 (2012-05-30) paragraphs [0081] - [0087]; claim 1 -----	1-16		
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.				
* Special categories of cited documents : <table border="0"> <tr> <td> "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed </td> <td> "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family </td> </tr> </table>			"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family			
Date of the actual completion of the international search 16 May 2014		Date of mailing of the international search report 26/05/2014		
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Bezard, Stéphane		

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

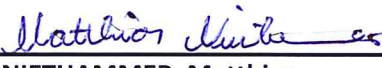
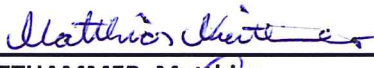
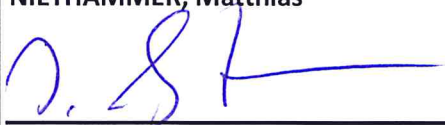
PCT/EP2014/058489

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0383492	A2	22-08-1990	CA 2010024 A1 14-08-1990
			EP 0383492 A2 22-08-1990
			JP 2781046 B2 30-07-1998
			JP H02247214 A 03-10-1990
			NZ 232531 A 29-01-1992

AU 426554	B2	28-07-1972	AU 426554 B2 28-07-1972
			AU 3025367 A 29-05-1969

US 3977889	A	31-08-1976	AU 8021075 A 21-10-1976
			BE 828191 A4 21-10-1975
			CA 1039875 A1 03-10-1978
			DE 2519435 A1 13-11-1975
			FR 2269504 A2 28-11-1975
			GB 1491216 A 09-11-1977
			NL 7504641 A 03-11-1975
			NO 751530 A 31-10-1975
			US 3977889 A 31-08-1976

EP 2457937	A1	30-05-2012	EP 2457937 A1 30-05-2012
			WO 2012069623 A1 31-05-2012

<u>ASSIGNMENT</u>	<u>CESION</u>
GIMENO SANTOS, Patricia NIETHAMMER, Matthias; GRÖTZINGER, Jochen; and ZILG, Carsten.	GIMENO SANTOS, Patricia NIETHAMMER, Matthias; GRÖTZINGER, Jochen; y ZILG, Carsten.
by means of this document assigns to	por medio de la presente cedo a
SIKA TECHNOLOGY AG.	SIKA TECHNOLOGY AG
A company organized under the laws of Switzerland	Una compañía organizada bajo las leyes de Suiza
Domiciled in Zugerstrasse 50 CH-6340 Baar, Switzerland	domiciliada en Zugerstrasse 50 CH-6340 Baar, Suiza
all my rights, title and interest in and to my invention as fully described in: FAST CURING COMPOSITION FOR THE MANUFACTURE OF POLYURETHANE CEMENTITIOUS HYBRID FLOORING	todos mis derechos, título e interés sobre mi invención tal como describe en: COMPOSICION DE FRAGUADO RAPIDO PARA LA FABRICACION DE UN PISO HIBRIDO A BASE DE CEMENTO Y DE POLIURETANO
Given and signed this <u>13. 11.</u> , 2015	Dado y firmado hoy <u>13. 11.</u> 2015
in <u>Stuttgart, Germany</u>	en <u>Stuttgart, Germany</u>
by	por
	
GIMENO SANTOS, Patricia	GIMENO SANTOS, Patricia
	
NIETHAMMER, Matthias	NIETHAMMER, Matthias
	
GRÖTZINGER, Jochen	GRÖTZINGER, Jochen
	
ZILG, Carsten	ZILG, Carsten

This document does not need legalization.

Please send us this document signed by the inventors by email.



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

**PARA OTORGAR PODER A ABOGADO
EN LOS TRÁMITES DE PROPIEDAD INDUSTRIAL**

1. Datos del otorgante

☐ Persona Natural ☒ Persona Jurídica

SIKA TECHNOLOGY AG

Nombre o denominación / Razón Social completa (En caso de que haya más de un solicitante, relaciónese en hoja adjunta)

Tipo de empresa ☐ Micro ☐ Pequeña ☐ Mediana ☒ Otra

Documento de identificación: ☐ C.C. ☐ C.E. ☐ NIT ☐ Otro Número

Nacionalidad/País de constitución	Dirección del Titular	
Suiza	Zugerstrasse 50 CH-6340 Baar, Suiza	
Dirección Electrónica	No. Fax	Número telefónico
tobos@tobos.com.co	571 8123335	571 8123335

2. Datos del apoderado

TOBOS MATEUS, ANDREA

52.223.325

148648

Apellidos y Nombre

Documento de Identificación

T.P. (sólo abogados profesionales)

Nacionalidad/País de constitución	Dirección del Titular	
COLOMBIANA	Carrera 7C No. 138-19 Oficina 901 Bogotá, D.C. Colombia	
Dirección Electrónica	Número de Fax	Número telefónico
andrea.tobos@tobos.com.co	8 123335	8 123335

☒ Autorizo expresamente a la Superintendencia de Industria y Comercio para que todas las comunicaciones sean enviadas a través de la dirección de correo electrónico: andrea.tobos@tobos.com.co

Mediante el presente documento, la persona indicada en el punto 1 de este documento nombra a la persona que se identifica en el punto 2 como apoderado para las actuaciones que se relacionan a continuación:

3. Actuaciones en cuestión

Este poder concierne:

☒ Todas las solicitudes de signos distintivos y de nuevas creaciones; y registros o patentes actuales y futuros del otorgante; inscripción de fusiones, conversiones o divisiones, cambios de nombre, traspasos, cambios de domicilio y de dirección; inscripción de contratos de prenda, inscripción de licencias de uso,

embargos, renovaciones y otros actos que afecten o limiten los mencionados derechos de propiedad industrial; presentación y tramitación de oposiciones y acciones de cancelación relacionadas con trámites de propiedad industrial, a cuyo efecto la faculta para presentar solicitudes, peticiones y demandas, interponer recursos, reclamos, pagar impuestos y tasas, recibir, transigir y desistir, incluyendo facultades para entrar en acuerdos amigables, conciliaciones y transacciones, y en general, a dar ante las autoridades competentes todos los pasos necesarios para la debida protección de nuestra (mi) propiedad industrial; asimismo, se concede a la mencionada mandataria poder suficiente para recibir notificaciones a nombre de la compañía, sustituir el presente poder y revocar dichas sustituciones.

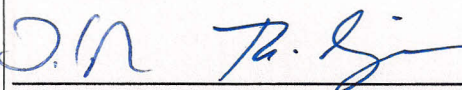
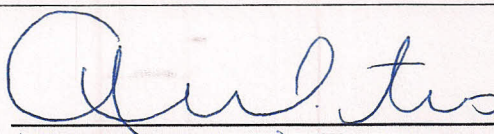
☒ Confiero expresamente al apoderado todas las facultades legales para que represente mi(s) interés(es) en la(s) actuación(es) señalada(s) en el punto 3 de este documento, incluyendo:

☒ Desistir de la(s) solicitud(es) y de las demás actuaciones

☒ Renunciar a los derechos del registro de signos distintivos o de nuevas creaciones

☐ El apoderado no está facultado para actuar como representante en los siguientes asuntos:

Nota: Si el espacio no es suficiente, por favor relacione las actuaciones siguiendo las instrucciones antes dadas en la hoja anexa.

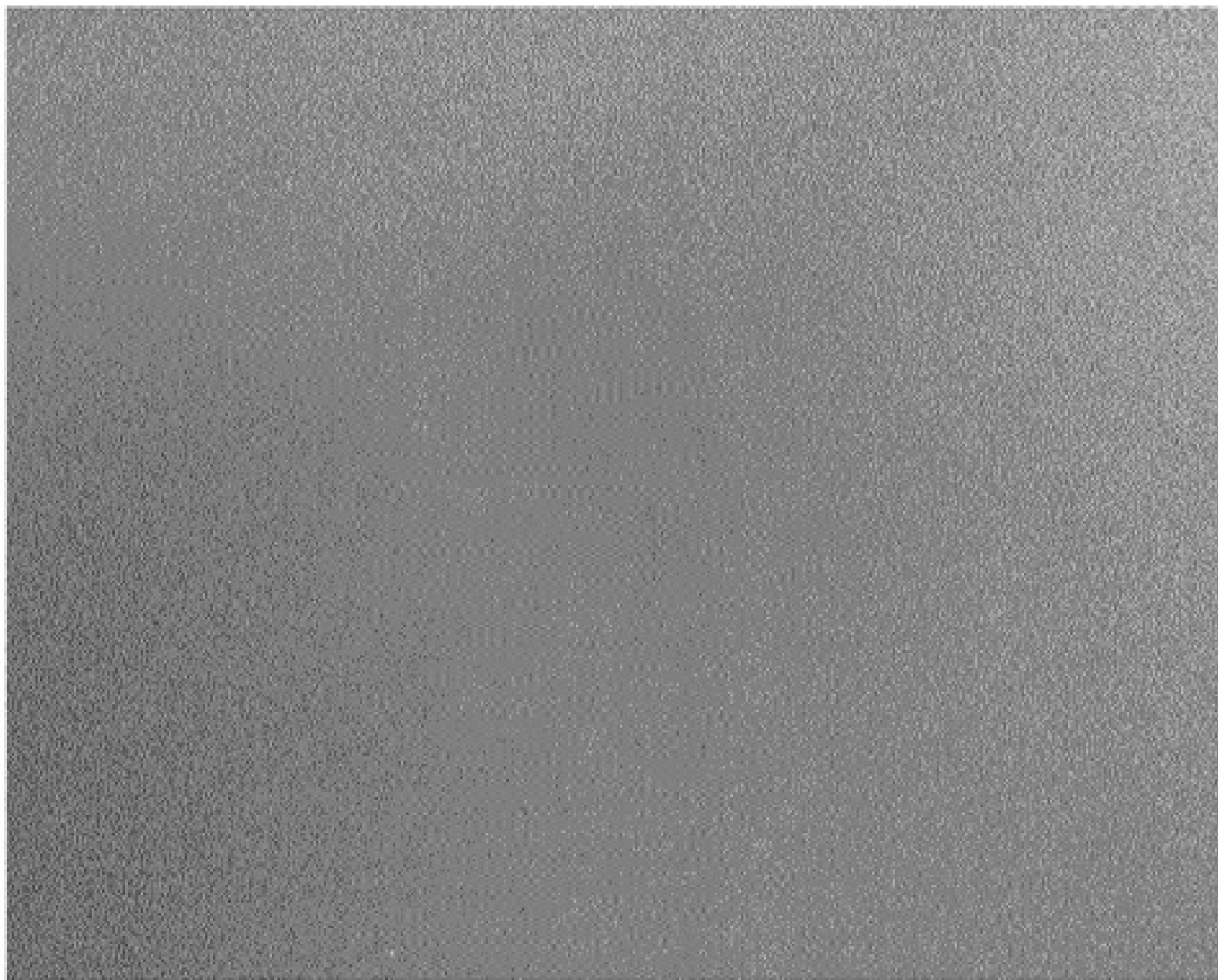
5. Firma  FIRMA DEL PODERDANTE Jörg Isler Thomas Grimm Head Corp. IP Operations Manager Corp. R&D DOCUMENTO DE IDENTIFICACIÓN 18. December 2012 FECHA DE FIRMA	 FIRMA DEL APODERADO ANDREA TOBOS MATEUS T.P. 148648 C.C. 52.223.325
--	---

Instrucciones:

Firmar en el punto 5 sobre la línea de "firma del poderdante" y en la versión en Inglés en el punto 5 sobre la línea de "signature of the grantor"

No requiere ningún tipo de legalización o presentación personal.

Figura 2



RESUMEN

La presente solicitud se refiere a una composición de varios componentes que comprende un componente de poliol que contiene uno o más polioles y agua, un componente de poliisocianato que comprende diisocianato de metilendifenilo (MDI), un componente de polvo que comprende cemento, hidróxido de calcio y uno o más agregados y menos del 0,5 % en peso, basándose en el peso total del componente de poliol, poliisocianato y polvo de un componente de acelerador de curado que comprende un aminoalcohol y un ácido. Se pueden lograr sistemas de pisos o recubrimientos híbridos de cemento y poliuretano que tienen una velocidad de curado mejorada y propiedades estéticas mejoradas ya que no muestran sustancialmente ninguna diferencia en el tono de color. Se puede evitar la formación de ampollas.

1/2

Figura 1

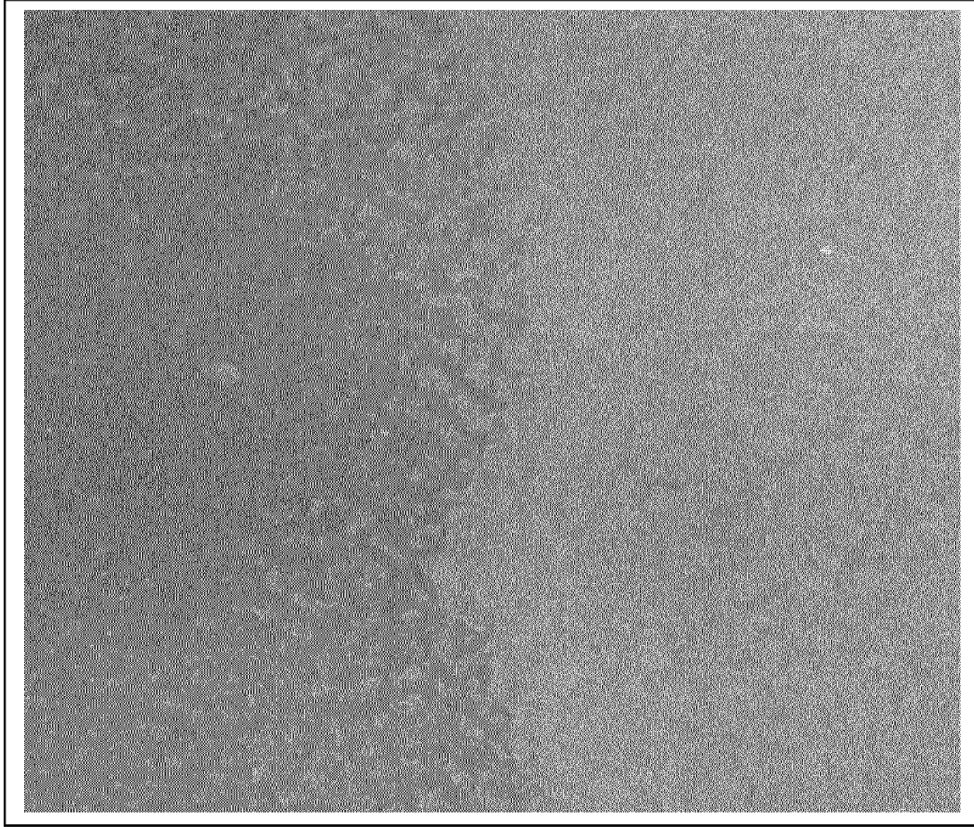
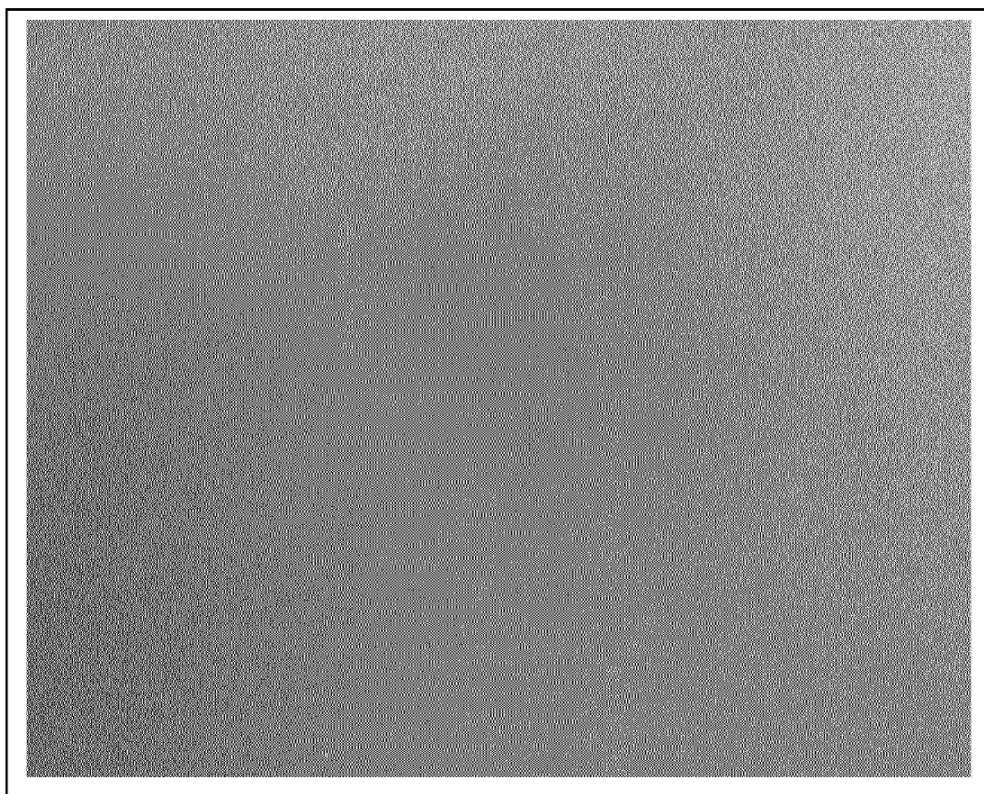


Figura 2



COMPOSICIÓN DE CURADO RÁPIDO PARA LA FABRICACIÓN DE PISOS HÍBRIDOS DE CEMENTO Y POLIURETANO

CAMPO TÉCNICO

5 La invención se refiere a una composición de varios
componentes para la fabricación de pisos o revestimientos
híbridos de cemento y poliuretano, un método para la
fabricación de los pisos o revestimientos con la composición
de varios componentes y los pisos o revestimientos que se
10 pueden obtener a través del método.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

En la técnica anterior, los pisos de resina epoxi
mostraban un aspecto satisfactorio, sin embargo, estos
15 materiales presentan limitaciones de uso y comprenden el uso
de aminos para su fabricación. La reglamentación REACH de la
Unión Europea impone otras limitaciones que se refieren a
sustancias químicas y afectarán, en particular, las aminos
necesarias para la química epoxi. Por lo tanto, se necesita
20 una química alternativa que proporciona materiales con
propiedades similares.

Se conocen sistemas híbridos de cemento y poliuretano
(PU) para la preparación de productos de revestimientos y pisos
que presentan propiedades mecánicas destacadas. Sin embargo,

dichos sistemas híbridos de PU presentan curado lento especialmente para la reacción de formación de poliuretano. Se suele observar que la reacción entre los polialcoholes y los poliisocianatos en estos sistemas no finaliza a temperaturas de 20 °C o inferiores incluso después de 24 horas. Aunque los valores de resistencia a la compresión después de este tiempo son lo suficientemente buenos como para exponerse al tráfico, el "tiempo para la puesta en servicio" prolongado es una gran desventaja para los sistemas disponibles, porque es necesario esperar más de un día cuando las temperaturas circundantes son inferiores a 25 °C.

Los sistemas híbridos de cemento y poliuretano son sistemas complejos en donde durante el curado de los componentes precursores se producen dos reacciones principales, a saber la reacción de los polioles y los poliisocianatos para formar el poliuretano y la reacción del cemento y el agua que, generalmente, se denomina hidratación. Tras la hidratación, el cemento se endurece y forma un material sólido. La hidratación se suele efectuar en presencia de agregados como arena o grava de modo que las partículas de agregado se unen por el material de cemento para obtener argamasa o concreto.

Las mezclas de aminoalcoholes y ácidos se denominan en combinación con los materiales de cemento protectores de la

corrosión. Estos materiales se suelen añadir al cemento en 3 a 4 % en peso para efectuar una protección de la corrosión, por ejemplo, en aplicaciones de ferroconcreto. Un agente anticorrosivo conocido comercializado para este fin es, p. ej.,
5 FerroGard® 901 de Sika (Suiza). Este material es particularmente adecuado como un protector de la corrosión para varillas de refuerzo incrustadas en concreto.

Las mezclas de aminoalcoholes y ácidos grasos en combinación con alquilfenoles etoxilados también se han
10 descrito como estabilizantes de dispersión para las dispersiones de compuesto orgánico reactivo al isocianato/agua en EP 0 383 492 A2. Estas dispersiones se pueden utilizar para formular sistemas híbridos de cemento/poliuretano y, generalmente, emplean una cantidad de 0,5 a 20 partes del
15 estabilizante en 100 partes del compuesto orgánico reactivo al isocianato. Una desventaja de las composiciones de EP 0 383 492 A2 es, sin embargo, que las superficies preparadas allí presentan cantidades relativamente altas de defectos superficiales como orificios y ampollas. Esto es un problema
20 para las aplicaciones en las cuales se requiere una superficie superior lisa.

Sigue existiendo la necesidad de sistemas híbridos de cemento y poliuretano que presenten curado rápido para proporcionar superficies endurecidas después de 24 h cuando se

curan a temperaturas de 20 °C o inferiores y que, al mismo tiempo, proporcionen una superficie altamente lisa sin una cantidad considerable de orificios y ampollas.

Otra desventaja de los sistemas híbridos de cemento y poliuretano de varios componentes disponibles es que aunque todos los componentes sean del mismo lote, la aplicación suele producir diferencias en el tono de color en el intervalo de superposición de dos paquetes diferentes. Esta es una gran desventaja estética.

Por lo tanto, existe la necesidad de un material que pueda garantizar un tono de color sustancialmente idéntico para los sistemas híbridos de cemento y poliuretano individuales de la misma composición cuando estos sistemas se aplican.

15

COMPENDIO DE LA INVENCION

El objeto de la presente invención es proporcionar una composición de varios componentes de curado rápido para los sistemas híbridos de cemento y poliuretano que pueda curarse a temperaturas de 20 °C o inferiores en 24 h. Además, el sistema debe tener las propiedades de los sistemas híbridos de cemento y poliuretano conocidos de la técnica anterior.

Sorprendentemente, este objeto se podría lograr mediante el uso de una composición de varios componentes que incluye un componente de acelerador de curado que comprende un

aminoalcohol y un ácido en una cantidad inferior a 0,5 % en peso con respecto a los pesos combinados de los componentes de poliol, poliisocianato y polvo. Además, se pueden lograr resultados más mejorados cuando el componente de poliol, en particular el contenido de agua presente allí, se adapta en una manera adecuada con respecto al contenido de los otros ingredientes en la composición.

En consecuencia, la presente solicitud se refiere a una composición de varios componentes que comprende

- un componente de poliol que comprende uno o más polioles y agua,
- un componente de poliisocianato que comprende diisocianato de metilendifenilo (MDI),
- un componente de polvo que comprende cemento, hidróxido de calcio y uno o más agregados y
- menos del 0,5 % en peso, basándose en las cantidades combinadas del componente de poliol, poliisocianato y polvo de un componente acelerador de curado que comprende un aminoalcohol y un ácido.

La composición de varios componentes novedosa se puede utilizar como un mortero autonivelante o autoalisante y permite, inesperadamente, la fabricación de sistemas de pisos híbridos de cemento y poliuretano que se curan por completo en aproximadamente 24 h y no muestran diferencias sustanciales en

el tono de color para diferentes paquetes del mismo lote con respecto a todos los componentes en un intervalo de superposición. Además, las características en cuanto a la maleabilidad, tiempo de secado, propiedades mecánicas como, en particular, la resistencia a la compresión, son destacadas y similares a las de la técnica anterior que carecen del componente de acelerador de curado.

El sistema de la invención es particularmente adecuado como mortero autonivelante híbrido de cemento y poliuretano para tareas de trabajo pesado para pisos, específicamente pisos industriales.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Los nombres de sustancias que comienzan con "poli" como, p. ej., poliol o poliisocianato, designan sustancias que contienen formalmente, por molécula, dos o más de los grupos funcionales que aparecen en sus nombres.

El término "tiempo de secado" significa la duración de la capacidad de procesamiento cuando los componentes se mezclan entre sí. El final del tiempo de secado se asocia, generalmente, con el aumento de la viscosidad de la composición de modo que el procesamiento de la composición ya no es posible.

El peso molecular promedio significa el peso molecular promedio en número, según lo determinado por cromatografía de

permeación en gel (GPC).

La composición de varios componentes de la invención comprende al menos tres componentes individuales, que se guardan por separado para evitar la reacción espontánea y se combinan cuando se van a preparar los pisos o recubrimientos híbridos de cemento y poliuretano. Los componentes se pueden ensamblar juntos como un paquete. Además, los componentes preferentemente comprenden sustancialmente todos los ingredientes indicados de la composición de varios componentes, p. ej., el componente de poliisocianato comprende todos los poliisocianatos de la composición de varios componentes.

Los componentes son un componente de poliol, un componente de poliisocianato, un componente de polvo y un componente de acelerador de curado, que se describen a continuación.

Componente de poliol

El componente de poliol comprende uno o más polioles y agua. Opcionalmente, se pueden añadir uno o más aditivos.

Algunos ejemplos de polioles adecuados son los polioxialquilenopolioles, también denominados "polieterpolioles", poliesterpolioles, policarbonatopolioles, poli(met)acrilato polioles, polihidrocarbon-polioles, copolímeros de acrilonitrilo/butadieno funcionales de polihidroxí y mezclas de estos, en particular dioles y mezclas

de estos.

Algunos ejemplos de poliéterpolioles son los polioxietilenopolioles, polioxipropilenopolioles y polioxibutilenopolioles, en particular, polioxietilenodiolos, polioxipropilenodiolos, polioxibutilenodiolos, polioxietilenotriolos y polioxipropilenotriolos. Los polioxialquilenodiolos o polioxialquilenotriolos que tienen un grado de insaturación de menos de 0,02 meq/g y que tienen un peso molecular promedio en el intervalo de entre 1000 y 30000 g/mol y los polioxietilenodiolos, polioxietilenotriolos, polioxipropilenodiolos y polioxipropilenotriolos que tienen un peso molecular promedio de entre 400 y 8000 g/mol son adecuados.

Otros ejemplos de poliéterpolioles son los denominados polioxipropilenopolioles finalizados en óxido de etileno ("protegidos terminalmente con EO", protegidos terminalmente con óxido de etileno), poliéterpolioles con injerto de acrilonitrilo de estireno, p. ej., Lupranol® de Elastogran GmbH, Alemania.

Los polioles particularmente preferidos para utilizar en la presente invención son grasas y/o aceites funcionales de polihidroxí, por ejemplo, grasas y/o aceites naturales, como aceite de castor o polioles obtenidos a través de la modificación química de grasas y/o aceites naturales,

denominados polioles oleoquímicos. Se prefiere, particularmente, el aceite de castor.

Algunos ejemplos de grasas y/o aceites naturales modificados químicamente son los polioles obtenidos de epoxipoliésteres o epoxipoliéteres obtenidos, por ejemplo, mediante epoxidación de aceites insaturados, mediante abertura del anillo posterior con ácidos carboxílicos u alcoholes, polioles obtenidos mediante hidroformilación e hidrogenación de aceites insaturados o polioles obtenidos de grasas y/o aceites naturales a través de procesos de degradación, como alcoholisis o ozonolisis y unión química posterior, por ejemplo, mediante transesterificación o dimerización de los productos de degradación obtenidos de ese modo o derivados de estos. Los productos de degradación adecuados de las grasas y/o aceites naturales son, en particular, los ácidos grasos y alcoholes grasos y los ésteres de ácido graso, en particular, los ésteres de metilo (FAME), que se pueden derivar, por ejemplo, mediante hidroformilación e hidrogenación para dar ésteres de ácidos grasos de hidroxí.

Los polioles mencionados arriba, generalmente, tienen un peso molecular relativamente alto, por ejemplo, un peso molecular promedio de entre 250 y 30000 g/mol, en particular, entre 1000 y 30000 g/mol y/o una funcionalidad OH promedio en el intervalo de entre 1,6 y 3.

Otros ejemplos de polioles adecuados son alcoholes di o polihídricos de bajo peso molecular, p. ej., con un peso molecular de menos de 250 g/mol. Algunos ejemplos de estos son 1,2-etanodiol, 1,2- y 1,3-propanodiol, neopentilglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, dipropilenglicoles y tripropilenglicoles isoméricos, butanodiolos isoméricos, pentanodiolos, hexanodiolos, heptanodiolos, octanodiolos, nonanodiolos, decanodiolos, undecanodiolos, 1,3- y 1,4-ciclohexanodimetanol, bisfenol A hidrogenado, alcoholes grasos diméricos, 1,1,1-trimetiloletano, 1,1,1-trimetilolpropano, glicerol, pentaeritritol, alcoholes de azúcar, como xilitol, sorbitol o manitol, azúcares, como sucrosa, otros alcoholes que tienen mayor funcionalidad, productos de alcoxilación de bajo peso molecular de los alcoholes di y polihídricos mencionados arriba y mezclas de estos.

Aunque dichos alcoholes di o polihídricos de bajo peso molecular se pueden utilizar como el poliol, se prefiere el uso de los polioles mencionados arriba que tienen un alto peso molecular. En una modalidad preferida, al menos uno de los polioles de alto peso molecular mencionados arriba y al menos un alcohol di o polihídrico de bajo peso molecular se utilizan combinados. Se prefiere, particularmente, una combinación de una o más grasas y aceites funcionales de polihidroxi, como grasas y aceites naturales o polioles obtenidos a través de

modificación química de grasas y aceites naturales, en particular, aceite de castor y uno, dos o más alcoholes di o polihídricos de bajo peso molecular. En dichas combinaciones, el o los polioles que tienen alto peso molecular se utilizan, generalmente, en mayores cantidades que el al menos un alcohol di o polihídrico de bajo peso molecular.

En cuanto a la cantidad de alcoholes di o polihídricos de bajo peso molecular en el componente de poliol, se prefiere que se encuentre en el intervalo de entre 0 y 7 % en peso, basándose en el peso total del componente de poliol. En consecuencia, la composición de varios componentes de la presente solicitud se puede formular sin alcoholes di o polihídricos de bajo peso molecular. Sin embargo, se ha descubierto que el añadido de este componente permite un ajuste fino superior de las propiedades finales del producto, de modo que se prefiere si uno o más alcoholes di o polihídricos de bajo peso molecular están presentes en la composición. Más preferentemente, la cantidad de alcoholes di o polihídricos de bajo peso molecular se encuentra en el intervalo de entre 1 y 5 % en peso y, más preferentemente, la cantidad es de aproximadamente 5 % en peso.

Aparte del o los polioles y el agua, el componente de poliol puede contener otros aditivos. Dichos aditivos se utilizan comúnmente si se desea y, típicamente, son conocidos

por los entendidos en la técnica de los poliuretanos. Algunos ejemplos de aditivos opcionales son los plastificantes, pigmentos, promotores de la adhesión, como silanos, p. ej., epoxisilanos, (met)acrilatosilanos y alquilsilanos, 5 estabilizantes contra la luz caliente y la radiación UV, agentes tixotrópicos, aditivos mejoradores del flujo, retardantes de llama, agentes tensioactivos como antiespumantes, agentes humectantes, agentes de control del flujo, agentes de desgasificación y biocidas.

10 Los aditivos opcionales que se utilizan preferentemente para el componente de poliol son uno o más de plastificantes, como benzoatos, ftalatos, ordiisopropilbenceno (generalmente, una mezcla de isómeros), pigmentos inorgánicos y orgánicos, antiespumantes, como disolventes sin silicio y polisiloxanos 15 modificados por organo y emulsionantes como hidróxido de calcio.

Componente de poliisocianato

El componente de poliisocianato comprende diisocianato de metilendifenilo. A continuación, el diisocianato de 20 metilendifenilo se abrevia como MDI de la manera convencional. MDI es un compuesto útil, p. ej., como material de partida para la producción de poliuretano y se produce en todo el mundo en millones de toneladas anualmente. Existen múltiples grados de productos diferentes de MDI disponibles. El "diisocianato de

metilendifenilo", según se utiliza en la presente invención, incluye, según el grado, MDI monomérico, oligomérico y polimérico. El término en el contexto del componente de poliisocianato abarca todos estos componentes en el componente
5 de poliisocianato.

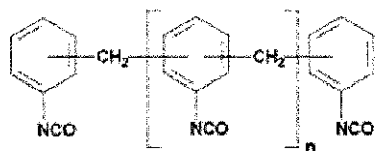
MDI está disponible en forma de tres isómeros diferentes, a saber diisocianato de 4,4'-metilendifenilo (4,4'-MDI), diisocianato de 2,4'-metilendifenilo (2,4'-MDI) y diisocianato de 2,2'-metilendifenilo (2,2'-MDI). El MDI disponible a nivel
10 comercial se puede clasificar como MDI monomérico (también denominado MMDI) y MDI polimérico (PMDI) también denominado MDI técnico. El MDI polimérico es el producto bruto de la síntesis de MDI que contiene isómeros de MDI y especies oligoméricas. El MDI monomérico se obtiene a partir de MDI
15 polimérico mediante purificación.

MDI monomérico se refiere a MDI "puro", incluido productos de un único isómero de MDI o de mezclas de isómeros de dos o tres isómeros de MDI. La proporción isomérica puede variar en intervalos amplios. Por ejemplo, 4,4'-MDI es un
20 sólido incoloro a amarillento que tiene un punto de fusión de 39,5 °C. El MDI monomérico comercial suele ser una mezcla de 4,4'-MDI, 2,4'-MDI y, típicamente, niveles muy bajos de 2,2'-MDI.

El MDI polimérico incluye especies oligoméricas además

de isómeros de MDI. Por lo tanto, el MDI polimérico contiene un único isómero de MDI o mezcla de isómeros de dos o tres isómeros de MDI y el resto son especies oligoméricas. El MDI polimérico tiende a tener funcionalidades de isocianato mayores que 2. La proporción isomérica, así como la cantidad de especies oligoméricas puede variar en intervalos amplios en estos productos. Por ejemplo, el MDI polimérico puede contener, típicamente, entre aproximadamente 30 y 80 % en peso de isómeros de MDI y el resto son dichas especies oligoméricas. Como en el caso del MDI monomérico, los isómeros de MDI suelen ser una mezcla de 4,4'-MDI, 2,4'-MDI y niveles muy bajos de 2,2'-MDI. El MDI polimérico es, típicamente, un líquido marrón o ámbar oscuro a temperatura ambiente (23 °C).

Las especies oligoméricas son oligómeros que tienen una funcionalidad de NCO de 3 o mayor. Las especies oligoméricas son un resultado del proceso de síntesis y se pueden representar por la siguiente fórmula



en donde n es de 1 a 4 y superiores. La cantidad de los homólogos disminuye con el aumento de la longitud de la cadena. El contenido total de homólogos con n mayor que 4, generalmente, no es muy alto.

Hay una amplia variedad de grados de MDI polimérico disponibles con características variadas en cuanto al número, tipo y contenido de isómeros y especies oligoméricas, proporción isomérica y distribución del peso de los homólogos oligoméricos. Estas características dependen del tipo y las condiciones de síntesis y los procedimientos de purificación. Además, las características se pueden ajustar, p. ej., mediante la mezcla de grados de MDI diferentes de acuerdo con las necesidades del cliente.

De acuerdo con la presente invención, en el MDI utilizado al menos el 40 % en peso y, preferentemente, al menos el 45 % en peso de los isómeros de MDI son 4,4'-MDI.

Con respecto al 2,4'-MDI presente en el componente de poliisocianato, se prefiere que esté presente en cantidades inferiores al 30 % en peso y, preferentemente, inferiores al 25 % en peso del componente de poliisocianato total. Además, se prefiere que el componente de poliisocianato comprenda 2,4'-MDI y 4,4'-MDI en una proporción de 10:90 a 40:60.

La proporción de 2,4'-MDI y 4,4'-MDI afecta la vida útil de la composición de varios componentes. En entornos de temperaturas más altas como, por ejemplo, de 20 a 35 °C, la reacción de poliisocianato es más rápida de modo que es necesario emplear un menor contenido de isómeros de 2,4'-MDI para obtener una vida útil similar. Para dichos climas, por lo

tanto, se prefiere que el contenido de 2,4'-MDI en la composición se encuentre en el intervalo de entre 4 y 12 % en peso, preferentemente entre 5 y 10 % en peso basándose en el peso total de la composición de poliisocianato. Para dichos
5 climas, se prefiere además que la proporción de 2,4'-MDI/4,4'-MDI sea 10-20:90-80. Para las temperaturas de trabajo habituales de 5 a 20 °C que se encuentran, p. ej., en los climas de Europa del norte, es necesario que el contenido de 2,4'-MDI sea mayor, lo que garantiza una reacción más rápida a
10 temperaturas inferiores. Para dichas aplicaciones, el contenido de 2,4'-MDI se encuentra, preferentemente, en el intervalo de entre 10 y 30 % en peso, más preferentemente, entre 15 y 25 % en peso basándose en el peso total del componente de poliisocianato. Asimismo, la proporción de 2,4'-
15 MDI contra 4,4'-MDI es, preferentemente, mayor para dichas aplicaciones como, en particular, 20-40:80-60, preferentemente 25-35:65-75.

El componente de poliisocianato puede comprender, opcionalmente, otro u otros aditivos adicionales como
20 disolventes en cantidades relativamente pequeñas, p. ej., hasta el 10 % en peso de los aditivos juntos, preferentemente hasta el 5 % en peso y, más preferentemente, hasta el 2 % en peso basándose en el peso total del componente de poliisocianato. Los disolventes adecuados para añadir al compuesto de

poliisocianato incluyen, entre otros, ésteres, cetonas, hidrocarburos e hidrocarburos clorados. Sin embargo, se prefiere, generalmente, que el componente de poliisocianato consista en MDI, es decir, MDI monomérico y/o MDI polimérico.

- 5 Como los productos de MDI son productos técnicos, pueden incluir, por supuesto, cantidades bajas de impurezas.

Componente de polvo

El componente de polvo comprende cemento, hidróxido de calcio y/u óxido de calcio y uno o más agregados.

- 10 Como cemento, se puede utilizar cualquier tipo de cemento convencional o una mezcla de dos o más tipos de cemento convencionales, por ejemplo, cementos clasificados de acuerdo con DIN EN 197-1: cemento Portland (CEM I), cemento compuesto Portland (CEM II), cemento de alto horno (CEM III), cemento
15 puzolánico (CEM IV) y cemento compuesto (CEM V). Estos tipos principales se dividen en 27 subtipos conocidos por los entendidos en la técnica. Por supuesto que los cementos producidos de acuerdo con otras normas, como de acuerdo con la norma ASTM o la norma de la India también son adecuados.

- 20 El cemento Portland es el tipo más común de cemento y es adecuado para la presente solicitud. Este cemento se utiliza, en general, en todo el mundo, porque es un ingrediente básico del concreto, mortero, estuco y la mayoría de las lechadas no especializadas. Es un polvo fino producido por la molienda de

clínker de cemento Portland (más del 90 %) con una cantidad limitada de sulfato de calcio que controla el tiempo establecido y hasta el 5 % de componentes menores como lo define el estándar europeo EN 197.1.

5 Un cemento preferido es el cemento blanco, como un cemento blanco 1-52:5 y 1-42,5R. El cemento blanco es un cemento Portland con un contenido de óxido de hierro bajo. Es similar al cemento Portland gris común, excepto por su alto grado de blancura.

10 El componente de polvo además comprende hidróxido de calcio, también denominado cal hidratada y/u óxido de calcio. Este material se puede adquirir como un polvo blanco. El hidróxido de calcio, respectivamente, óxido de calcio cumple una función importante en la composición porque controla la

15 maleabilidad y evita la formación de burbujas de CO₂ producidas en la reacción de isocianato con agua del componente de poliol.

 Además, el componente de polvo comprende uno o más agregados. Los agregados son materiales particulados sólidos, químicamente inertes y se encuentran en diversas formas,

20 tamaños y materiales que van desde partículas finas de arena a rocas gruesas grandes. Algunos ejemplos de agregados particularmente adecuados son arena, grava y piedra molida, escoria, pedernal calcinado y agregados livianos como arcilla, piedra pómez, perlita y vermiculita. La arena, en particular

la arena de sílice, se utiliza preferentemente para ajustar la maleabilidad necesaria para obtener una superficie lisa.

El tamaño de grano del agregado es, preferentemente, bastante pequeño, p. ej., menor que 5 mm. El agregado puede
5 tener, por ejemplo, un tamaño de grano en el intervalo de entre 2 mm y 0,05 mm, en donde la arena, en particular la arena de sílice, que tienen un tamaño de grano en el intervalo de entre 0,1 y 1 mm es particularmente preferida. Por ejemplo, la arena que tiene un tamaño de grano en el intervalo de entre 0,3 y
10 0,8 mm o entre 0,1 y 0,5 mm o combinaciones de estos se puede utilizar de forma ventajosa en la presente invención. Se puede determinar el intervalo de tamaño de grano, p. ej., mediante análisis con tamiz.

Si se desea, el componente de polvo también puede
15 comprender uno o más aditivos que se utilizan comúnmente y que, típicamente, son conocidos por los entendidos en la técnica de las aplicaciones de cemento. Algunos ejemplos de aditivos adecuados que se pueden utilizar opcionalmente en el componente de polvo, son los superplastificantes, preferentemente
20 basándose en los éteres de policarboxilato, aceite mineral, aceite de castor y pigmentos inorgánicos u orgánicos.

La cantidad de aditivos en el componente de polvo, preferentemente, no supera el 10 % en peso, basándose en el peso total del componente de polvo, más preferentemente, la

cantidad de aditivos es del 5 % en peso o inferior e, incluso más preferentemente, la cantidad es 2 % en peso o inferior.

Componente de acelerador de curado

Como se mencionó arriba, el componente de acelerador de curado comprende un aminoalcohol y un ácido y se añade a la composición en cantidades de menos del 0,5 % en peso de la cantidad combinada del componente de poliol, poliisocianato y polvo. El componente de acelerador de curado se puede proporcionar en forma de un componente que se encuentra físicamente separado de los otros componentes o el acelerador de curado se puede añadir directamente al componente de poliol, siempre que el componente sea poco creativo hacia los ingredientes del componente de acelerador de curado. En la práctica de la presente solicitud, sin embargo, se prefiere proporcionar el acelerador de curado como un componente separado, ya que esto permite ajustar la cantidad que se debe añadir según las condiciones de temperatura en el sitio de aplicación.

Con respecto al ácido, la presente solicitud no se limita significativamente, sin embargo, se prefiere que el ácido sea un ácido débil, es decir, un ácido con un pKa de 3,5 o más. Incluso el ácido puede ser un ácido inorgánico o un ácido orgánico. Un ácido inorgánico preferido para utilizar en la presente solicitud es ácido bórico. Los ácidos orgánicos

preferidos son ácidos aromáticos como, p. ej., ácido benzoico. Como el ácido bórico no se ha registrado con REACH, se prefiere particularmente el uso de ácidos aromáticos en la práctica de la presente invención.

5 El aminoalcohol es, preferentemente, un alquilaminoalcohol, más preferentemente, un alquilaminoalcohol que tiene de 1 a 6 átomos de carbono en el grupo alquilo. Los ejemplos preferidos de dichos alquilaminoalcoholes son monoetanolamina (MEA), dietanolamina (DEA), trietanolamina
10 (TEA), dimetiletanolamina (DMEA), N-metil-dietanolamina (MDEA), dietiletanolamina (DEEA) y etildietanolamina (EDEA).

Además de los componentes mencionados arriba, el componente de acelerador de curado puede comprender además un plastificante para los materiales de cemento. Los
15 plastificantes para los materiales de cemento son conocidos en la técnica e incluyen resinas de formaldehído y melamina sulfonadas, resinas de formaldehído, urea y melamina sulfonadas y polímeros de policarboxilato. Los plastificantes preferidos para utilizar en la presente solicitud son las resinas de
20 melamina sulfonadas y/o los polímeros policarboxilados, en particular, los polímeros con injerto policarboxilados que tienen grupos funcionales carboxilo en la estructura principal y cadenas poliméricas no cargadas pendientes injertadas a la estructura principal. Los plastificantes respectivos están

disponibles, p. ej., de Sika (Suiza) con las marcas comerciales Viscocrete® y Sikament® FF 86.

Por otra parte, el componente de acelerador de curado de la presente solicitud se prefiere sustancialmente libre de aditivos de alquilfenol etoxilados, que se han descrito para utilizar con los aminoalcoholes y ácidos grasos como estabilizantes de la dispersión de los polioles reactivos de isocianato. En consecuencia, el componente de acelerador de curado comprende, preferentemente, no más del 5 % en peso, más preferentemente, no más del 2 % en peso y, más preferentemente, ausencia de alquilfenoles etoxilados añadidos. El porcentaje en peso indicado es relativo al peso total del componente de acelerador de curado.

La cantidad de acelerador de curado necesaria para garantizar una aceleración suficiente de la cura se puede ajustar a las necesidades de la aplicación. Sin embargo, se prefiere que el contenido de componente de acelerador de curado en la composición sea del 0,25 % en peso o inferior, en particular, el 0,1 % en peso o inferior, basándose en el peso total del componente de poliol, poliisocianato y polvo. Un contenido altamente preferido del componente de acelerador de curado se encuentra en el intervalo de entre el 0,005 y el 0,025 % en peso, especialmente el 0,01 y el 0,015 % en peso basándose en el peso total del componente de poliol,

poliisocianato y polvo. Si la cantidad de componente aditivo es inferior al 0,005 % en peso, no se puede garantizar que el material se cure totalmente a temperaturas de 20 °C o inferiores después de 24 h. Por otra parte, si el porcentaje de componente aditivo es superior al 0,025 % en peso, esto produce una reducción indeseable del tiempo de secado del producto y la observación de flotación del pigmento.

Proporciones adecuadas para el componente de poliol, poliisocianato y polvo en la composición de varios componentes

Al ajustar las proporciones de los ingredientes dentro de los componentes y entre los componentes de forma adecuada, las mejoras de la presente invención se pueden potenciar significativamente. Dichas proporciones adecuadas se describen a continuación. Los ingredientes indicados se refieren a los ingredientes en el componente particular como se planteó arriba. Las proporciones relacionadas con los ingredientes en los diferentes componentes se refieren a las proporciones correctas de cada componente de acuerdo con las instrucciones operativas, es decir, a la proporción de mezcla que se utilizará para mezclar los componentes y, en el uso, a la mezcla de los componentes preparada.

En una modalidad preferida, el componente de poliol, el componente de poliisocianato y el componente de polvo representan entre el 10 y el 25 % en peso, entre el 10 y el

25 % en peso y entre el 50 y el 80 % en peso, respectivamente, de la cantidad combinada de los componentes de poliol, poliisocianato y polvo.

En cuanto a la proporción de mezcla del componente de poliol, poliisocianato y polvo, la proporción en peso del componente de poliol al componente de poliisocianato se encuentra, preferentemente, en el intervalo de entre 40:60 y 60:40 y, más preferentemente, en el intervalo de aproximadamente 50:50.

La proporción en peso de los componentes de poliol y poliisocianato al componente de polvo se encuentra, preferentemente, en el intervalo de entre 1:1 y 1:5, más preferentemente, en el intervalo de entre 1:2 y 1:3. Dichas proporciones de mezcla se prefieren particularmente, si el componente de poliol, el componente de poliisocianato y el componente de polvo se formulan de acuerdo con las propiedades descritas arriba.

Además, la composición de varios componentes de la invención se formula, preferentemente, de modo que el contenido de agua se encuentre en el intervalo de entre el 4,5 y el 6,5 % en peso, el contenido de MDI en el intervalo de entre el 15 y el 17 % en peso y el contenido de cemento en el intervalo de entre el 16 y el 25 % en peso, basándose en el peso total del componente de poliol, poliisocianato y polvo.

Las diferencias en la cantidad de agua pueden afectar no solo la superficie terminada del producto, sino también las propiedades físicas como la resistencia a la compresión, la maleabilidad y el tiempo de secado. Por lo tanto, la proporción
5 de agua con respecto a los otros ingredientes se debe determinar cuidadosamente.

La cantidad de agua en el componente de poliol se encuentra, preferentemente, en el intervalo de entre el 10 y el 50 % en peso, más preferentemente, en el intervalo de entre
10 el 20 y el 40 % en peso y, más preferentemente, en el intervalo de entre el 25 y el 30 % en peso. Además, se prefiere que la cantidad de agua con respecto a las cantidades combinadas del componente de poliol, poliisocianato y polvo se encuentre en el intervalo de entre el 4,5 y el 6,5 % en peso.

15 En el componente de polvo, el hidróxido de calcio (cal hidratada) o el óxido de calcio cumple una función importante. La ausencia de hidróxido de calcio provocaría la formación de grandes burbujas en la superficie de los productos curados debido a la formación de CO_2 por la reacción del compuesto de
20 poliisocianato y agua presente en el componente de poliol. Por otra parte, las cantidades demasiado altas de hidróxido de calcio presentan un impacto desfavorable sobre la maleabilidad del sistema. Por lo tanto, una cantidad preferida de hidróxido de calcio en el componente de polvo se encuentra en el intervalo

de entre el 2 y el 8 % en peso, preferentemente entre el 4,5 y el 6 % en peso, basándose en el peso total del componente de polvo. Al hidratarse, el óxido de calcio forma hidróxido de calcio y, por lo tanto, sirve a los mismos efectos que el
5 hidróxido de calcio.

Con respecto a la composición de varios componentes total, un contenido preferido de hidróxido de calcio es entre el 1,4 y el 5,6 % en peso, preferentemente, entre el 3,1 y el 4,2 % en peso, basándose en las cantidades combinadas del
10 componente de poliol, poliisocianato y polvo.

La proporción de agua a hidróxido de calcio en la composición de varios componentes se encuentra, generalmente, en el intervalo de entre 0,80 y 4,6:1, preferentemente, en el intervalo de entre 1,5 y 3,5:1.

15 La proporción molar de los grupos NCO a los grupos OH alcohólicos en la composición de varios componentes se encuentra, preferentemente, en el intervalo de entre 1,5:1 y 3:1, más preferentemente, en el intervalo de entre 2:1 y 2,5:1. Dicha proporción molar produce una mejora de la resistencia a
20 la compresión del producto terminado.

El componente de poliol se formula, preferentemente, de modo que el contenido de poliol se encuentre en el intervalo de entre el 20 y el 60 % en peso, preferentemente entre el 30 y el 50 % en peso y, en particular, el 32 y el 43 % en peso,

basándose en el peso total del componente de poliol.

El componente de polvo se formula, preferentemente, de modo que se cumpla al menos una de las siguientes condiciones, basándose en el peso total del componente de polvo:

5 a) que el contenido de cemento se encuentre en el intervalo de entre el 8 y el 45 % en peso, preferentemente, entre el 26 y el 30 % en peso,

 b) que el contenido de hidróxido de calcio se encuentre en el intervalo de entre el 2 y el 8 % en peso, preferentemente,
10 entre el 4,5 y el 6 % en peso,

 c) que el contenido de agregados, preferentemente arena, se encuentre en el intervalo de entre el 50 y el 90 % en peso, preferentemente, entre el 60 y el 80 % en peso.

En una modalidad preferida, el componente de poliol y el
15 componente de polvo se formulan de acuerdo con las proporciones descritas arriba. Además, se prefiere que el componente de poliisocianato consista en MDI.

Uso de una mezcla de ácido/aminoalcohol como acelerador de curado

20 Otro aspecto de la presente solicitud se refiere al uso de una mezcla de un aminoalcohol y un ácido para aumentar la velocidad de curado de una composición que comprende uno o más polioles, MDI, cemento, agregados, hidróxido de calcio y/u óxido de calcio y agua. En una modalidad preferida de este uso,

la mezcla del aminoalcohol y el ácido se añade a la composición que comprende uno o más polioles, MDI, cemento, agregados, hidróxido de calcio y/u óxido de calcio y agua en una cantidad inferior al 0,5 % en peso, en particular, en una cantidad de entre el 0,005 y el 0,05 % en peso y, más preferentemente, entre el 0,01 y el 0,025 % en peso e incluso más preferentemente entre el 0,01 y el 0,015 % en peso. Se prefiere, particularmente, una cantidad de la mezcla de entre el 0,01 y el 0,015 % en peso si la mezcla se proporciona como una combinación con el componente de poliol o si la temperatura de aplicación de la composición se encuentra en el intervalo de entre 20 y 35 °C y la mezcla se proporciona como un cuarto componente. Si la temperatura de aplicación de la composición se encuentra en el intervalo de entre 15 y 20 °C, la cantidad de la mezcla, preferentemente, es mayor, a saber, se encuentra en el intervalo de entre el 0,01 y el 0,03 % en peso, mientras que a temperaturas de aplicación inferiores a 15 °C, la cantidad preferida de la mezcla se encuentra en el intervalo de entre el 0,03 y el 0,05 % en peso. Otras modalidades preferidas de este uso son las que se mencionaron arriba para la composición de varios componentes.

Método para la fabricación de pisos o recubrimientos híbridos de cemento y poliuretano

La composición de varios componentes de la invención es

adecuada para preparar pisos o recubrimientos híbridos de cemento y poliuretano. El método comprende

- mezclar el componente de poliol y el componente de poliisocianato,

5 - añadir el componente de polvo y el componente de acelerador de curado a la mezcla de componente de poliol y componente de poliisocianato y agitar para obtener una mezcla sustancialmente homogénea

10 - aplicar la mezcla sustancialmente homogénea a un sustrato y

- curar la mezcla aplicada para obtener los pisos o recubrimientos de cemento.

Un grosor de capa típico, p. ej., oscila entre 2 y 6 mm. La temperatura de aplicación es, preferentemente, entre
15 aproximadamente 8 y 35 °C. Se puede lograr un curado rápido en menos de 24 h para una amplia gama de temperaturas. No se requiere la aplicación de un sellador superior de modo que es posible la aplicación en un día. "Sustancialmente", en el contexto anterior, significa que las composiciones parecen ser
20 homogéneas al ojo humano.

La composición de varios componentes es adecuada como un sistema o mortero autonivelante. El método proporciona sistemas de pisos y recubrimientos que se puedan curar suficientemente en 24 h incluso a temperaturas inferiores a 20 °C y que no

presenten diferencias en el tono de color para dos paquetes diferentes del mismo lote de todos los componentes en el intervalo de superposición.

La invención se explica adicionalmente en la siguiente
5 parte experimental que, sin embargo, no debe limitar el alcance de la invención. Las proporciones y los porcentajes indicados son en peso, a menos que se indique algo diferente.

EJEMPLOS

10 Los ingredientes indicados en la tabla 1 abajo se mezclan para formar el componente de poliol o el componente de poliisocianato y el componente de polvo. Las cantidades que se proporcionan están en partes por peso. Para la aplicación, se mezclaron los componentes en una proporción en peso de
15 14,3:14,3:71,4, respectivamente, como se muestra en la tabla 1. La última columna muestra la parte de porcentaje en peso de cada ingrediente, basándose en el peso total de los tres componentes.

La composición de MDI utilizada es la siguiente: 22 % en
20 peso de 2,4'-MDI, 50 % de 4,4'-MDI (en peso) y el resto son especies oligoméricas.

Tabla 1

	Componente A	Componente B	Componente C	Proporción A:B:C	A+B+C (%)
Componente A	100			14,3	
Componente B		100		14,3	
Componente C			100	71,4	
aceite de castor LV-117	32-43				4,8-6,45
plastificante	17-20				2,6-3
antiespumante	0,4-2				0,3-0,6
pigmento	0,6-4				0,6-0,9
agua	25-30				3,75-4,5
MDI		100			14-15
arena de sílice, 0,30,8 mm			35		24,5
arena de sílice, 0,10,5 mm			35		23,8
cal hidratada			4,5-6		3,2-4,2
cemento blanco CEM			26-30		18,2-21

Se formularon las tres mezclas de componentes anteriores con diferentes cantidades de FerroGard® 901 que contenían un alquilaminoalcohol, ácido bórico, un plastificante (Sikament® FF86) y agua. La cantidad de Ferrogard añadida fue de entre el 0,005 y el 0,025 % en peso con respecto a la cantidad total del componente de polioliol, poliisocianato y polvo. En un segundo conjunto de experimentos, se reemplazó el ácido bórico en FerroGard 901 por ácido benzoico.

Se mezcló el acelerador de curado con los otros tres componentes para obtener una mezcla homogénea y se endureció a 8 °C, 20 °C y 35 °C, respectivamente. Los resultados de las

investigaciones con ácido bórico se muestran en las siguientes tablas de 2 a 4.

Tabla 2

	% de Ferrogard 901/ (A+B+C)														
	0,005 %			0,01 %			0,015 %			0,02 %			0,025 %		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Maleabilidad / facilidad de colocación	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐
Vida útil a 8 °C	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Formación de ampollas	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Formación de orificios	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☐	☒	☐
Homogeneidad del tono de color	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Curado a 8 °C después de 24 h	☐	☐	☒	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐

5

Tabla 3

	% de Ferrogard 901/ (A+B+C)														
	0,005 %			0,01 %			0,015 %			0,02 %			0,025 %		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Maleabilidad / facilidad de colocación	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Vida útil a 23 °C	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐
Formación de ampollas	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Formación de orificios	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Homogeneidad del tono de color	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Curado a 23 °C después de 24 h	☐	☐	☒	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐

Tabla 4

	% de Ferrogard 901/ (A+B+C)														
	0,005 %			0,01 %			0,015 %			0,02 %			0,025 %		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Maleabilidad / facilidad de colocación	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Vida útil a 35 °C	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Formación de ampollas	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Formación de orificios	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☐	☐	☒	☐	☐	☒
Homogeneidad del tono de color	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐
Curado a 35 °C después de 24 h	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐	☒	☐	☐

En las tablas anteriores **"1"** designa el mejor resultado, mientras que **"3"** designa el peor resultado.

5 La prueba de ampollas en las tablas anteriores se realizó del siguiente modo: se cebó una tabla de madera de 0,3 x 0,26 m con Sikafloor® 161 y se ajustó con un marco de madera de 5 mm de altura. Se almacenaron los componentes separados y la tabla de madera a 8 °C, 23 °C y 35 °C durante 16-24 h. Después, se
10 mezcló 1 kg del material durante 3 min a 900 rpm y se aplicó a la tabla cebada para obtener una capa de 4 mm de grosor. Se laminó con picos la superficie y se colocó la tabla nuevamente en un ambiente a 8 °C, 23 °C y 35 °C y se curó. Después del curado, se evaluó la superficie en cuanto a las grietas y
15 ampollas.

Como se puede observar a partir de las tablas anteriores, todas las composiciones se curan y forman recubrimientos satisfactorios en las condiciones de reacción. Los resultados

con el añadido de FerroGard® 901 en el intervalo de entre el 0,01 y el 0,015 % en peso fueron en total mejores que aquellos con menos o más aditivo. Cuando se utilizó una menor cantidad de aditivo, la cura no se completó después de 24 h, mientras
5 que las cantidades del 0,020 % en peso o más produjeron una maleabilidad menos favorable del producto y, en algunos casos, también la formación de orificios. A 23 °C, las composiciones con el 0,020 % en peso de acelerador de curado presentaron un rendimiento menos adecuado en términos de vida útil. Para el
10 curado a 35 °C, una cantidad de acelerador de curado en el intervalo de entre el 0,005 % en peso y el 0,015 % en peso proporcionó mejores resultados. Cuando la cantidad de aditivo aumentó a más del 0,015 % en peso, la vida útil fue menos favorable y también se observaron algunos orificios.

15 Se presentan otras propiedades de los materiales en las tablas de 2 a 4 en la siguiente tabla 5. Las propiedades en esta tabla se determinaron del siguiente modo:

Se determinó la capacidad de flujo/maleabilidad a la temperatura indicada con 50 % de humedad relativa utilizando
20 el cono descrito en DIN 1015-3, pero sin apisonar el material. Para la determinación, se mezcló 1 kg de material (a la temperatura indicada, 50 % de humedad relativa) durante 3 min a 900 rpm. Se colocó el cono sobre la lámina de vidrio, se rellenó hasta el borde, se levantó y se determinó el diámetro

del círculo resultante después de 10 min.

Vida útil:

Se mezcló 1 kg del material durante 3 h a 900 rpm y se aplicó en un grosor de 6 mm en una tapa plástica de 25 cm de diámetro y después de determinados tiempos, se rascó el diámetro con una espátula. El tiempo más prolongado en el que la marca todavía se curaba se consideró como la vida útil.

Resistencia a la compresión:

Se prepararon muestras de 4 x 4 x 16 cm mediante el relleno de moldes con los materiales respectivos. Se retiraron las muestras de los moldes después de 24 h y se realizó la prueba alineada con EN 13892-2 (DIN EN 196-1) después de 1 d, 7 d y 28 d de curado a 8 °C, respectivamente, 23 °C, con 50 % de humedad relativa. El aumento de la carga para la resistencia a la compresión fue 2400 ± 200 N/s. El valor presentado para la resistencia a la compresión en la tabla 5 es el promedio de seis mediciones individuales.

Dureza Shore:

Se moldearon muestras de 4,5 mm de grosor y se curaron a las temperaturas relativas (8 °C, 23 °C/50 % de humedad relativa y 35 °C). La medición de la dureza se realizó con un durómetro shore D con calibrador automático en 3s y 15s. La distancia entre los puntos de medición fue de al menos 13 mm de separación del borde de la muestra de prueba. Se leyó la

escala de acuerdo con DIN EN ISO 868 después de 3 s y 15 s, respectivamente. Se obtuvieron tres mediciones en momentos diferentes durante 28 d y el promedio de estas mediciones se muestra en la tabla 5.

5

Tabla 5

% de Ferrogard/A+B+C	0%	0,005-0,010%	0,015%	0,020-0,025%
T de aplicación Limite inferior Limite superior	8°C 35°C	8°C 35°C	8°C 35°C	8°C 35°C
Capacidad de flujo/ maleabilidad	8°C 23°C 35°C	275mm-290mm 305mm-335mm 305mm-335mm	275mm-290mm 305mm-335mm 305mm-335mm	275mm-285mm 305mm-330mm 310mm-335mm
Vida útil	8°C 23°C 35°C	> 40 min 26min 18min	> 40 min 26min 16min	> 40 min 24min 15min
Resistencia a la compresión a 8 °C	1d 7d 28d	0N/mm ² 35-38 N/mm ² 48-52 N/mm ²	0 N/mm ² 35-38 N/mm ² 48-52 N/mm ²	1-2 N/mm ² 45-48 N/mm ² 50-52 N/mm ²
Resistencia a la compresión a 23°C	1d 7d 28d	30-35 N/mm ² 45-48 N/mm ² 50-52 N/mm ²	30-35 N/mm ² 45-48 N/mm ² 50-52 N/mm ²	35-38 N/mm ² 50-52 N/mm ² 55-60 N/mm ²
Dureza Shore D a 8 °C	17h 24h 48h 7d 28d	2 5 10 78 82	3 18 53 79 82	10 28 60 78 81
Dureza Shore D a 23°C	17h 24h 48h 28d	61 71 79 82	66 72 79 82	69 75 79 83

Ejemplo 2

Para investigar si se pueden reducir las diferencias en el tono de color durante la aplicación de dos paquetes diferentes del mismo material que comprenden el mismo lote de todos los componentes, se mezclaron dos paquetes de componente

de poliol, poliisocianato y polvo con o sin 0,01 % en peso de FerroGard® 901 y se aplicaron juntas en una parcela de 2 m². Los resultados de estas investigaciones se muestran en las figuras 1 y 2. La figura 1 es la muestra sin FerroGard®,
5 mientras que la figura 2 muestra la muestra con 0,01 % en peso de FerroGard®. Como se puede observar a partir de las figuras, se mejoró la terminación de la superficie y las diferencias en los tonos de color entre los dos paquetes resultaron casi invisibles con la muestra que contenía aditivo de FerroGard®.
10 En cambio, la muestra normal sin FerroGard® mostró diferencias de tono de color visibles.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de varios componentes que comprende
 - un componente de poliol que comprende uno o más
 - 5 polioles y agua,
 - un componente de poliisocianato que comprende diisocianato de metilendifenilo (MDI),
 - un componente de polvo que comprende cemento, hidróxido de calcio y uno o más agregados y
 - 10 - menos del 0,5 % en peso, basándose en la cantidad total del componente de poliol, poliisocianato y polvo de un componente acelerador de curado que comprende un aminoalcohol y un ácido.
2. La composición de varios componentes de la
- 15 reivindicación 1 caracterizada por que el componente acelerador de curado comprende un alquilaminoalcohol y un ácido que tiene un pKa de 3,5 o más, preferentemente, ácido bórico o ácido benzoico.
3. La composición de varios componentes de la
- 20 reivindicación 1 o 2 caracterizada por que el componente aditivo además comprende un plastificante para los materiales de cemento, preferentemente, basado en melamina sulfonada y/o un polímero de éter de policarboxilato.
4. La composición de varios componentes de cualquiera de
- 25 las reivindicaciones de 1 a 3 caracterizada por que el

contenido de componente de acelerador de curado en la composición es de entre el 0,005 y el 0,05 % en peso, preferentemente, entre el 0,01 y el 0,015 % en peso, basándose en el peso total del poliol, el poliisocianato y el componente
5 de polvo y en donde el acelerador de curado se proporciona, preferentemente, mezclado con el componente de poliol.

5. La composición de varios componentes de cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 3 caracterizada por que el acelerador de curado está separado del componente de poliol,
10 poliisocianato y polvo y está presente en una cantidad de entre el 0,005 y el 0,05 % en peso, más preferentemente, entre el 0,01 y el 0,015 % en peso, entre el 0,01 y el 0,03 % en peso o entre el 0,03 y el 0,05 % en peso.

6. La composición de varios componentes de acuerdo con
15 cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizada por que el al menos un poliol comprende una grasa o aceite funcional de polihidroxí y/o un poliol obtenido a través de la modificación química de una grasa o aceite natural, preferentemente en donde el poliol comprende aceite de castor.

20 7. La composición de varios componentes de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizada por que el agua representa entre el 10 y el 50 % en peso del componente de poliol.

8. La composición de varios componentes de acuerdo con

cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizada por que el componente de poliisocianato comprende 2,4'-MDI y 4,4'-MDI en una proporción de entre 10:90 y 40:60.

9. La composición de varios componentes de acuerdo con
5 cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizada por que el componente de polvo comprende entre el 2 y el 8 % en peso, preferentemente, entre el 4,5 y el 6,0 % en peso de hidróxido de calcio.

10. La composición de varios componentes de acuerdo con
10 cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizada por que el componente de polvo comprende entre el 2 y el 8 % en peso, preferentemente, entre el 4,5 y el 6,0 % en peso de óxido de calcio.

11. La composición de varios componentes de acuerdo con
15 cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizada por que el componente de polvo comprende entre el 60 y el 80 % en peso de agregados, preferentemente, en donde los agregados comprenden arena.

12. La composición de varios componentes de acuerdo con
20 cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizada por que el componente de poliol, el componente de poliisocianato y el componente de polvo representan entre el 10 y el 25 % en peso, entre el 10 y el 25 % en peso y entre el 50 y el 80 % en peso, respectivamente, de la cantidad combinada

del componente de poliol, poliisocianato y polvo.

13. La composición de varios componentes de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizada por que

5 - el contenido de agua se encuentra en el intervalo de entre el 4,5 y el 6,5 % en peso,

 - el contenido de MDI se encuentra en el intervalo de entre el 15 y el 17 % en peso y

 - el contenido de cemento se encuentra en el intervalo
10 de entre el 16 y el 25 % en peso, basándose en el peso total del componente de poliol, poliisocianato y polvo.

14. La composición de varios componentes de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizada por que la proporción molar de los grupos NCO a los grupos OH
15 alcohólicos se encuentra en el intervalo de entre 1,5:1 y 3:1, preferentemente en el intervalo de entre 2:1 y 2,5:1.

15. El uso de una mezcla de un aminoalcohol y un ácido para aumentar la velocidad de curado de una composición de varios componentes que comprende un poliol, MDI, cemento,
20 agregados, hidróxido de calcio y/u óxido de calcio y agua.

16. El método para la fabricación de pisos o recubrimientos híbridos de cemento y poliuretano con una composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 14, en donde el método comprende

- mezclar el componente de poliol y el componente de poliisocianato

- añadir el componente de polvo y el componente de acelerador de curado a la mezcla de componente de poliol y
5 componente de poliisocianato y agitar para obtener una mezcla sustancialmente homogénea

- aplicar la mezcla sustancialmente homogénea a un sustrato y

- curar la mezcla aplicada para obtener los pisos o
10 recubrimientos de cemento.

17. Pisos o recubrimientos que se pueden obtener a través del método de la reivindicación 16.