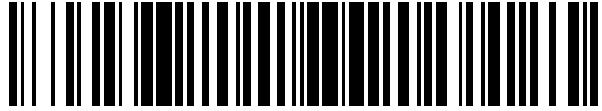


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 529 992**

51 Int. Cl.:

C04B 26/16	(2006.01)	C08K 3/34	(2006.01)
C08G 18/38	(2006.01)	C04B 41/00	(2006.01)
C09D 175/02	(2006.01)	C04B 111/00	(2006.01)
C09D 175/04	(2006.01)	C04B 111/60	(2006.01)
C09D 7/12	(2006.01)	C08K 3/22	(2006.01)
C04B 41/63	(2006.01)		
C04B 41/48	(2006.01)		
E04F 13/08	(2006.01)		
C08G 18/73	(2006.01)		
C08G 18/79	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.06.2012 E 12171106 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.12.2014 EP 2671853**

54 Título: **Superficie de suelo magnética**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.02.2015

73 Titular/es:
**3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY (50.0%)
3M Center
Saint Paul, MN 55144, US y
IOBAC LIMITED (50.0%)**

72 Inventor/es:
**ROBINSON, IAN;
JOBLING, WAYNE;
SPREADBOROUGH, IAN y
SMYTH, DEREK**

74 Agente/Representante:
CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 529 992 T3

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

DESCRIPCIÓN

Superficie de suelo magnética.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para proporcionar una superficie, en particular una superficie de suelo que presenta por lo menos una capa de material cementoso con una composición de recubrimiento magnética y/o magnetizable.

10 Los recubrimientos de suelo magnéticos son conocidos a partir de la técnica anterior. Estos recubrimientos de suelo típicamente se aplican directamente en un grosor de capa de, por ejemplo, 0,5 mm en una superficie cementosa seca, tal como una superficie de recrecido ("screed") u hormigón. Dicho suelo recubierto puede cubrirse a continuación con placas de moqueta o vinilo magnéticas. La interacción magnética entre el recubrimiento del suelo y las placas de moqueta mantiene fijas las placas en posición. Sin embargo, las placas de moqueta también pueden intercambiarse fácilmente, por ejemplo en el caso de que la moqueta esté desgastada o simplemente en caso de
15 que se cambie el color del suelo.

Una composición de recubrimiento adecuada para dicho propósito se describe en el documento EP 2 107 081 B1. Esta referencia da a conocer una composición de caucho para la producción de un elastómero en el que la composición de caucho comprende por lo menos un compuesto de caucho y por lo menos un iniciador de radicales libres. El compuesto de caucho se cura sometándolo a una reacción de entrecruzamiento de radicales. La composición de caucho puede incluir además partículas magnéticas o magnetizables.
20

Sin embargo, en ocasiones se considera desventajoso que las composiciones de recubrimiento de suelo magnéticas que se conocen hasta el momento sólo puedan aplicarse en superficies secas. El procedimiento de ensayo estándar ASTM F 2170-11 para la determinación de la humedad relativa en losas de hormigón para suelos, por ejemplo, indica que "la humedad que permea las losas de hormigón para suelos afecta al rendimiento de los sistemas de pavimentación, tales como las cubiertas y recubrimientos de suelos con resiliencia y textiles" y que "la humedad excesiva que permea las losas de suelos tras la instalación puede provocar fallos de los sistemas de recubrimiento de suelos, tales como la desunión y deterioro del pavimento y de los recubrimientos de acabado, y el crecimiento microbiano". En la práctica habitualmente ha resultado necesario que la humedad relativa de una superficie cementosa sea de 75% o inferior antes de que pueda aplicarse un recubrimiento al suelo. En otras palabras, la superficie cementosa, tal como, por ejemplo, una superficie de recrecido u hormigón debe secarse durante un determinado periodo de tiempo antes de que pueda aplicarse una capa de recubrimiento del pavimento, tal como un recubrimiento de suelo magnético. Lo anterior no sólo incluye un periodo de espera que retrasa la utilización del espacio respectivo, sino que además requiere la determinación continua de la humedad real.
25
30
35

El documento EP 2457937 da a conocer una composición de recubrimiento para recubrir un suelo de hormigón. Por lo tanto, es un objetivo de la presente invención desarrollar un procedimiento para proporcionar una superficie con una capa de una composición de recubrimiento magnética y/o magnetizable que puede aplicarse en superficies cementosas con un nivel más elevado de humedad y que, de esta manera, supera las desventajas de la técnica anterior.
40

Dicho objetivo se resuelve mediante un procedimiento para proporcionar una superficie, en particular una superficie de suelo, con una capa de una composición de recubrimiento magnética y/o magnetizable, presentando la superficie por lo menos una capa de material cementoso, en la que el procedimiento comprende la etapa de extender la capa de la composición de recubrimiento sobre la superficie, comprendiendo la composición de recubrimiento un ligante polimérico y partículas magnéticas y/o magnetizables, en la que la capa de la composición de recubrimiento presenta una tasa de transmisión de vapor de agua de por lo menos $0,25 \text{ gh}^{-1}\text{m}^{-2}$ según ASTM D1653, y la superficie y/o la capa de material cementoso presenta una humedad relativa superior a 75% según ASTM F 2170-11.
45
50

La invención se refiere además a una superficie, en particular a una superficie de suelo que comprende por lo menos una capa de material cementoso que soporta una capa de una composición de recubrimiento que comprende un ligante polimérico y partículas magnéticas y/o magnetizables, en la que la capa de la composición de recubrimiento presenta una tasa de transmisión de vapor de agua de por lo menos $0,25 \text{ gh}^{-1}\text{m}^{-2}$ según ASTM D1653 y la superficie y/o la capa de material cementoso presenta una humedad relativa superior a 75% según ASTM F 2170-11 tras la aplicación de la capa de la composición de recubrimiento.
55

El término cementoso tal como se ha utilizado anteriormente y se utiliza a continuación es un material que presenta las propiedades del cemento. Los cementos son materiales ligantes que fraguan y se endurecen independientemente y pueden ligar entre sí otros materiales. El cemento Portland, por ejemplo, el cual es ampliamente utilizado en la industria de la construcción, puede fabricarse mediante calentamiento de piedra caliza (carbonato cálcico) con pequeñas cantidades de otros materiales (tales como arcillas) a 1.450°C en una reacción de calcinación en la que se libera dióxido de carbono a partir del carbonato cálcico, formando óxido de calcio. El óxido de calcio (también denominado cal viva) puede mezclarse a continuación con otros materiales, tales como cenizas volantes o humo de sílice. La sustancia dura resultante puede molerse a continuación, por ejemplo con una cantidad pequeña de yeso, formando unos polvos para preparar 'Cemento Portland Ordinario', el tipo más comúnmente
60
65

utilizado de cemento (con frecuencia denominado CPO).

Los materiales cementosos son los ingredientes básicos del hormigón, mortero, recrecido y similares. El hormigón es un material compuesto que comprende, en particular, cemento, áridos tales como grava y arena, y agua. Inesperadamente se ha encontrado que, al contrario de lo que se afirma generalmente en el procedimiento de ensayo estándar ASTM F2170-11, puede aplicarse una composición de recubrimiento magnética y/o magnetizable que presenta una tasa de transmisión de vapor de agua de por lo menos $0,25 \text{ gh}^{-1}\text{m}^{-2}$ según ASTM D1653, en materiales cementosos altamente húmedos o mojados. Se ha comprobado que las composiciones de recubrimiento que resultan útiles con el procedimiento inventivo deberían presentar una elevada permeabilidad de vapor de agua, de manera que la humedad en el material cementoso no resulte atrapada sino que, por el contrario, se difunda a través de la composición de recubrimiento y permita de esta manera que el material cementoso continúe secándose. La permeabilidad al vapor de agua de la composición de recubrimiento preferentemente es de por lo menos $5 \text{ g mm m}^{-2}/24 \text{ h}$, más preferentemente es de por lo menos $7 \text{ g mm m}^{-2}/24 \text{ h}$ y especialmente preferentemente es de por lo menos $8 \text{ g mm m}^{-2}/24 \text{ h}$.

Como consecuencia de la permeabilidad del vapor de agua de las composiciones de recubrimiento dadas a conocer en la presente memoria, no se observado deslaminación, ampollamiento y similares de la capa de la composición de recubrimiento de la superficie de material cementoso. Sin embargo, dichos defectos se han observado para composiciones de la técnica anterior que presentan una tasa de transmisión de vapor de agua no inferior a $0,25 \text{ gh}^{-1}\text{m}^{-2}$ al aplicarlas en pavimentos con una humedad relativa superior al 75%. Sin restringirse a esta teoría, se cree que el motivo para la deslaminación radica en que el vapor de agua del material cementoso mojado se concentra en la superficie no expuesta del recubrimiento de suelo magnético frente a la superficie o la superficie del suelo, respectivamente, en la que la transmisión de la humedad hacia el aire resulta bloqueada por el recubrimiento que finalmente provoca el ampollamiento y, de esta manera, la deslaminación del recubrimiento.

En un aspecto adicional del procedimiento inventivo, la superficie y/o la capa del material cementoso preferentemente presenta una humedad relativa superior al 80%, más preferentemente de entre 82% y 98% según ASTM F 2170-11, en particular de entre 85% y 95%. Todavía más preferentemente, la superficie y/o la capa del material cementoso presenta una humedad relativa de entre 88% y 95%, más preferentemente de entre 90% y 95%.

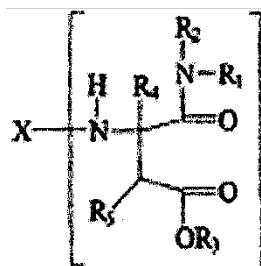
La superficie utilizada en la presente invención presenta por lo menos una capa de un material cementoso. El grosor de la capa puede variar ampliamente y encontrarse comprendida, por ejemplo, entre por lo menos 1 mm y 10 cm o más. La superficie es proporcionada mediante por lo menos una capa de un material cementoso que presenta una humedad relativa según se determina según ASTM F 2170-11 de por lo menos 75%. La superficie puede ser proporcionada por, por ejemplo, una capa de recrecido que ha sido recién colada o que se ha secado tras el colado durante un tiempo insuficiente para que la humedad relativa caiga a menos de 75%, respectivamente. La superficie también puede ser proporcionada por una superficie de suelo que se cubra con una capa de nivelación cementosa con una humedad relativa de por lo menos 75%. Los agentes de nivelación cementosos típicamente comprenden un ligante de cemento inorgánico, tal como un cemento hidráulico como el cemento Portland y un relleno mineral inorgánico tal como arena silicea. Se dan a conocer agentes de nivelación cementosos en, por ejemplo, el documento US 2009/0.239.977.

La capa de la composición de recubrimiento preferentemente se extiende directamente sobre la capa de material cementoso. Sin embargo, también resulta posible aplicar una primera capa en una primera etapa en la capa cementosa, si se desea, con la condición, sin embargo, que la primera capa no deteriore las características de transmisión de vapor de agua de la capa de superficie cementosa imprimada hasta un valor inferior a $0,25 \text{ gh}^{-1}\text{mm m}^{-2}$. Sin embargo, típicamente no resulta necesario aplicar una imprimación. La capa de la composición de recubrimiento aplicada en la superficie presenta una tasa de transmisión de vapor de agua de por lo menos $0,25 \text{ g h}^{-1}\text{m}^{-2}$ según ASTM D1653, en particular de por lo menos $0,30 \text{ g h}^{-1}\text{m}^{-2}$, preferentemente de por lo menos $0,35 \text{ g h}^{-1}\text{m}^{-2}$, más preferentemente de por lo menos $0,4 \text{ g h}^{-1}\text{m}^{-2}$. El grosor de la capa de la composición de recubrimiento preferentemente es de entre 0,15 y 5 mm y más preferentemente de entre 0,25 y 2 mm.

La composición de recubrimiento comprende un ligante polimérico. Los ligantes polimérico que son adecuados en el procedimiento según la invención comprenden ligantes a base de poliurea y/o ligantes a base de poliuretano/urea. En el contexto del procedimiento inventivo, se ha descubierto que el ligante polimérico preferentemente es un ligante a base de poliurea preparado a partir de una composición precursora que comprende:

- A) un componente poliisocianato,
- B) un componente que contiene grupo amina,
- C) un componente poliol opcional,
- D) opcionalmente uno o más catalizadores,
- E) opcionalmente un material seleccionado de entre rellenos, extensores, pigmentos o combinaciones de los mismos.

El componente que contiene grupos amina preferentemente comprende una amina secundaria que preferentemente comprende un éster de aspartato o una composición de fórmula general (I):



fórmula (I)

en la que:

5

X es alquilo, alquileno, arilo o arileno con un valencia de n,

R₁, R₂, R₄ y R₅ se seleccionan, cada uno, independientemente de entre hidrógeno, alquilo o arilo,

10

R₃ es alquilo o arilo,

n es un número entero superior o igual a 1.

Todavía más preferentemente, n es 2 y X es alquileno o arileno.

15

Un grupo alquilo es un grupo hidrocarburo parafínico que se deriva a partir de un alcano mediante la eliminación de un hidrógeno de la fórmula. El grupo hidrocarburo puede ser lineal, ramificado o cíclico en el caso de que R¹ y R² conjuntamente con el átomo de nitrógeno presentan 1 a 20 átomos de carbono. Preferentemente el hidrocarburo presenta 1 a 5 átomos de carbono.

20

Entre los ejemplos simples se incluyen metilo (-CH₃) y etilo (-CH₂CH₃). Un grupo arilo es un grupo hidrocarburo insaturado que presenta una estructura de anillo aromático característica de benceno, naftaleno, etc., es decir el anillo de seis carbonos de benceno o los anillos de seis carbonos condensados de otros derivados aromáticos. El anillo aromático puede encontrarse sustituido o no sustituido. Entre los posibles grupos sustituyentes se incluyen los grupos alquilo, amino, nitro, hidroxilo, halógeno y metoxi. Un ejemplo simple de un grupo arilo (no sustituido) es fenilo (-C₆H₅).

25

Un componente poliisocianato contiene más de una fracción isocianato (-NCO). El componente poliisocianato preferentemente se refiere a un diisocianato o triisocianato.

30

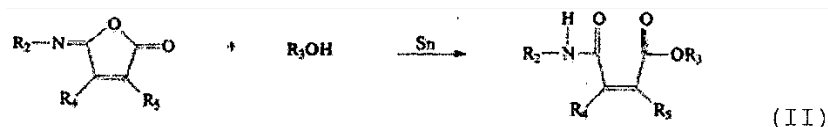
Un grupo arileno es un radical multivalente, que se forma mediante la eliminación de un hidrógeno de por lo menos dos sitios de carbono en un núcleo aromático.

35

Un grupo alquileno es un radical orgánico que se forma mediante la eliminación de un hidrógeno de por lo menos dos sitios de carbono en un hidrocarburo alifático. Un ejemplo simple es el radical etileno, -C₂H₄-.

Las aminas secundarias útiles en la presente invención pueden producirse mediante reacción de tipo Michael de aminas primarias con diversos ésteres de amida. Entre los ésteres de amida útiles se incluyen aductos de alcoholes con isomaleimidias. Esta reacción se ilustra a continuación, proporcionando un compuesto de fórmula (II).

40



(II)

en la que R₂ es un grupo alquilo o un grupo arilo, y R₃, R₄ y R₅ son tal como se ha definido anteriormente.

45

La utilización de una sal de organoestaño como catalizador resulta en rendimientos incrementados del producto deseado respectivo.

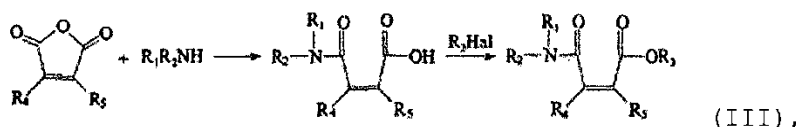
50

La reacción de la isomaleimida con un alcohol puede llevarse a cabo a una temperatura de entre aproximadamente 0°C y aproximadamente 100°C, preferentemente entre la temperatura ambiente, es decir, aproximadamente 20°C a 25°C y aproximadamente 70°C. Son ejemplos de sales de organoestaño utilizables como catalizadores, dilaurato de dibutilestaño, diacetato de dibutilestaño, dilaurato de dimetilestaño, octoato estanoso, óxido de bis(laurildibutilestaño), dimercáptido de dibutilestaño y dimercáptido de dibutilestaño. Un catalizador preferido es el

diacetato de dibutilestano.

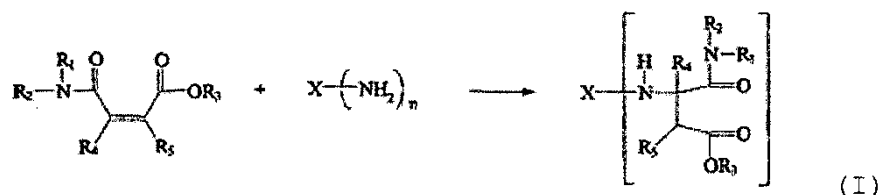
La cantidad de catalizador utilizada puede variar entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 10% molar basado en la cantidad de alcohol. Los materiales de partida de isomaleimida pueden prepararse mediante procedimientos conocidos.

Un procedimiento alternativo de preparación de precursores éster de amida incluye hacer reaccionar un anhídrido maleico con una amina, seguido de la conversión del grupo ácido carboxílico en el éster deseado. Esta reacción se ilustra a continuación, en (III):



en la que R₁, R₂, R₃, R₄ y R₅ son tal como se ha definido anteriormente, y Hal representa un ión haluro, preferentemente yoduro.

Las aminas secundarias que resultan útiles en la presente invención pueden prepararse mediante la reacción de una amina primaria con el receptor de Michael tipo éster de amida. Esta reacción con frecuencia es espontánea, rápida y prácticamente cuantitativa. Los aductos pueden sintetizarse simplemente dejando reposar mezclas de aminas primarias y receptores de Michael durante aproximadamente 96 horas a aproximadamente 70°C en ausencia de catalizador. Esta reacción se ilustra en el esquema de reacción a continuación y resulta en el éster de aspartato de fórmula I:



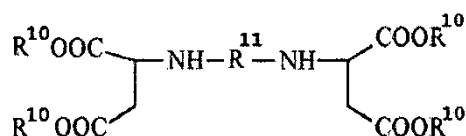
en la que X, n y R₁ a R₅ son tal como se ha definido anteriormente.

El éster de aspartato de fórmula I y los esquemas de reacción anteriormente indicados se dan a conocer en el documento US 2003/0.004.367, página 3, sección [0023] hasta la página 4, sección [0041].

Entre las aminas que resultan útiles en la preparación de aminas secundarias se incluyen, por ejemplo, etilendiamina, 1,2-diaminopropano, 2,5-diamino-2,5-dimetilhexano, 1,11-diaminoundecano, 1,12-diaminododecano, 2,4'-diamino-diciclohexilmetano, 1-amino-3,3,5-trimetil-5-aminometilciclohexano, 2,4- ó 2,6-diamonotolueno, 2,4'- ó 4,4'-diaminodifenil-metano o mezclas de los mismos. Entre las aminas preferidas se incluyen 1,4-diaminobutano, 1,6-diaminohexano, 2,4,4-trimetil-1,6-diaminohexano, 1-amino-3,3,5-trimetil-5-aminometil-ciclohexano, 4,4'-diaminodiclohexil-metano, 3,3-dimetil-4,4'-diamino-diclohexil-metano o mezclas de los mismos. Entre las aminas especialmente preferidas se incluyen 4,4'-metilén-bis(ciclohexilamina), 2-metil-1,5-pentanodiamina, 1,6-diaminohexano y mezclas de los mismos.

La reacción generalmente procedió hasta completarse al 80% a 99% en 96 horas. Debido a que las reacciones son limpias, la purificación de los productos de reacción no resulta necesaria.

El componente que contiene grupos amino preferentemente comprende una amina de éster aspártico de la fórmula V siguiente:



Fórmula V

en la que R¹¹ es un grupo orgánico divalente (de hasta 40 átomos de carbono) y cada R¹⁰ es, independientemente, un grupo orgánico inerte frente a grupos isocianato a temperaturas de 100°C o inferiores.

En la fórmula V anteriormente indicada, preferentemente R¹¹ es un grupo alifático (preferentemente con 1 a 20

átomos de carbono), que puede ser ramificado, no ramificado o cíclico. Más preferentemente, R¹¹ se selecciona de entre el grupo de grupos de hidrocarburo divalente obtenidos mediante la eliminación de los grupos amino de 1,4-diaminobutano, 1,6-diaminohexano, 2,2,4- y 2,4,4-trimetil-1,6-diaminohexano, 1-amino-3,3,5-trimetil-5-aminometilciclohexano, 4,4'-diamino-diciclohexil-metano o 3,3-dimetil-4,4'-diamino-diciclohexil-metano.

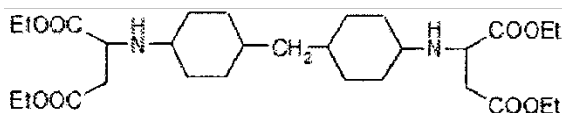
En algunas formas de realización, R¹¹ preferentemente comprende un grupo diciclohexil-metano o un grupo C₄ a C₁₂ ramificado. R₂ típicamente es, independientemente, un grupo de alquilo inferior (con 1 a 4 átomos de carbono).

En la fórmula V anteriormente indicada, R¹⁰ preferentemente es alquilo o arilo, presentando alquilo o arilo el significado preferente proporcionado para la fórmula I, anteriormente.

Las aminas de éster aspártico de fórmula V se dan a conocer en el documento WO 2010/120.617, página 5, línea 19 a página 7, línea 8.

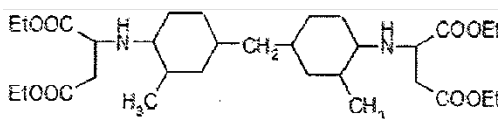
Los ésteres de ácido aspártico adecuados se encuentran disponibles comercialmente a partir de Bayer Corp. bajo las denominaciones comerciales "Desmophen NH 1420", "Desmophen NH 1520" y "Desmophen 15 NH 1220".

Desmophen NH 1420 está compuesto sustancialmente del compuesto siguiente de fórmula V.1:



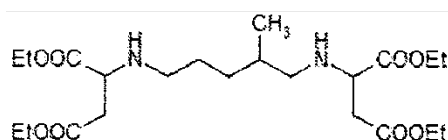
Fórmula V.1

Desmophen NH1520 está compuesto sustancialmente del compuesto siguiente de fórmula V.2:



Fórmula V.2

Desmophen NH1220 está compuesto sustancialmente del compuesto siguiente de fórmula V.3:



Fórmula V.3

en la que en cada una de las fórmulas V.1 a V.3, Et es etilo.

Las composiciones ligantes de poliurea que resultan útiles para el procedimiento inventivo comprenden un componente poliisocianato y un componente amina, que preferentemente contiene por lo menos un componente correspondiente a las aminas secundarias tal como se ha definido anteriormente.

Entre los poliisocianatos se incluyen compuestos portadores de por lo menos un grupo isocianato. Entre los poliisocianatos de bajo peso molecular adecuados que presentan un peso molecular entre 168 y 5.000 se incluyen diisocianato de hexametileno, diisocianato de 2,2,4- y/o 2,4,4-trimetil-1,6-hexametileno, diisocianato de dodecametileno, 1,4-diisocianatociclohexano, 1-isocianato-3,3,5-trimetil-5-isocianatometilciclohexano (IPDI), 2,4'- y/o 4,4'-diisocianato-diciclohexil-metano, 2,4'- y 4,4'-diisocianato-difenil-metano y mezclas de dichos isómeros con sus homólogos superiores, que se obtienen mediante fosgenación de condensados de anilina/formaldehído, 2,4- y/o 2,6-diisocianatotolueno y cualesquiera mezclas de dichos compuestos.

Sin embargo, resulta preferido utilizar derivados de dichos poliisocianatos monoméricos. Entre estos derivados se incluyen poliisocianatos que contienen grupos de biuret (carbamilurea) tal como se describe en, por ejemplo, las patentes US n° 3.124.605, US n° 3.201.372, el documento DE 1.101.394; poliisocianatos que contienen grupos isocianurato, tal como se describe en, por ejemplo, la patente US n° 3.001.973, los documentos DE 1.022.789, DE 1.027.394, DE 1.929.034 y DE 2.004.048; poliisocianatos que contienen grupos uretano tal como se describe en, por ejemplo, los documentos DE 953.012, BE 752.261, las patentes US n° 3.394.164 y US n° 3.644.457; poliisocianatos que contienen grupos carbodiimida, tal como se describe en el documento DE 1.092.007, la patente US n°

3.152.162, los documentos DE 2.504.400, DE 2.537.685 y DE 2.552.350; y poliisocianatos que contienen grupos alofanato, tal como se describe en, por ejemplo, los documentos GB 994.890, BE 761.626 y NL 7.102.524.

Preferentemente, los poliisocianatos son resinas de poliisocianato a base de diisocianato de hexametileno (HDI).

El componente poliisocianato preferentemente presenta una funcionalidad de NCO media de entre 1,5 y 4, en particular de entre 1,8 y 3.

Los prepolímeros y semiprepolímeros que contienen grupos isocianato que pueden obtenerse de los poliisocianatos monoméricos sustituidos opcionalmente que se han ejemplificado anteriormente y los compuestos poliol orgánicos también resultan adecuados para la utilización como el componente poliisocianato. Estos prepolímeros y semiprepolímeros generalmente pueden presentar aproximadamente 140 a 8.400 de peso equivalente, preferentemente aproximadamente 210 a 420 de peso equivalente. Se preparan, por ejemplo, mediante la reacción de los materiales de partida anteriormente indicados en una proporción de equivalentes de NCO/OH de entre aproximadamente 1,05:1 y 10:1, preferentemente de entre aproximadamente 1,1:1 y 3:1, seguida opcionalmente esta reacción de la eliminación por destilación de cualesquier poliisocianatos de partida volátiles no reaccionados todavía presentes.

Los prepolímeros y semiprepolímeros pueden prepararse a partir de compuestos poliol de bajo peso molecular que presentan un peso molecular de entre 62 y 299, tal como etilenglicol, propilenglicol, trimetilol-propano, 1,6-dihidroxi-hexano; ésteres que contienen hidroxilo de bajo peso molecular de dichos polioles con ácidos dicarboxílicos del tipo ejemplificado a continuación en la presente memoria; productos de etoxilación y/o propoxilación de bajo peso molecular de dichos polioles, y mezclas de los alcoholes modificados o no modificados polivalentes anteriormente indicados.

Sin embargo, los prepolímeros y semiprepolímeros preferentemente se preparan a partir de compuestos poliol de elevado peso molecular que presentan un peso molecular medio en número de entre 2.000 y aproximadamente 10.000, preferentemente de entre 3.000 y 9.000, determinado por la funcionalidad y el número de OH. Estos compuestos poliol presentan por lo menos dos grupos hidroxilo en cada molécula y generalmente presentan un contenido de grupos hidroxilo de entre aproximadamente 0,5% y 17% en peso.

El componente poliisocianato preferentemente comprende uno o más prepolímeros poliisocianato derivados de la uretdiona, el biuret o el isocianurato del diisocianato de hexametileno (HDI) mezclado con un elemento del grupo que consiste de uretdiona, biuret o isocianurato de HDI. Este prepolímero o prepolímeros de poliisocianato preferentemente presentan, cada uno, un contenido de (NCO) de entre 5% y 15% en peso respecto a la masa de los prepolímeros.

El componente poliisocianato preferentemente comprende por lo menos un prepolímero de poliisocianato derivado del trímero de isocianurato de HDI, mezclado con la uretdiona de HDI.

El componente poliol preferentemente se selecciona de entre polioles de poliéster, polioles de poliéter-poliéster, polioles de poliéter o combinaciones de los mismos. Entre los ejemplos de compuestos poliol de peso molecular relativamente elevado adecuados que pueden utilizarse para la preparación de los prepolímeros y semiprepolímeros se incluyen los polioles de poliéster basados en los alcoholes monoméricos de bajo peso molecular anteriormente indicados y ácidos carboxílicos polibásicos, tales como ácido adípico, ácido sebácico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido hexahidroftálico, ácido maleico, los anhídridos de dichos ácidos y mezclas de estos ácidos y/o anhídridos de ácido. Las polilactonas que contienen grupos hidroxilo, especialmente las poli-ε-caprolactonas, también resultan adecuadas para la preparación de los prepolímeros y semiprepolímeros.

Los polioles de poliéter, que se obtienen de manera conocida mediante la alcoxilación de moléculas de partida adecuadas, también resultan adecuadas para la preparación de los prepolímeros y semiprepolímeros que contienen grupos isocianato. Entre los ejemplos de moléculas de partida adecuadas para los polioles de poliéter se incluyen los anteriormente indicados polioles monoméricos, agua, poliaminas orgánicas que presentan por lo menos dos enlaces NH y cualesquiera mezclas de dichas moléculas de partida. El óxido de etileno y/o el óxido de propileno son óxidos de alquileno particularmente adecuados para la reacción de alcoxilación. Estos óxidos de alquileno pueden introducirse en la reacción de alcoxilación en cualquier secuencia o en forma de una mezcla.

También resultan adecuados para la preparación de los prepolímeros y semiprepolímeros, los policarbonatos que contienen grupos hidroxilo que pueden prepararse mediante la reacción de los dioles monoméricos anteriormente indicados con fosgeno y carbonatos de diarilo, tales como carbonato de difenilo.

El ligante polimérico puede comprender además compuestos de poliol orgánico e incluir tanto compuestos de poliol de bajo peso molecular como compuestos de poliol de peso molecular relativamente elevado indicados anteriormente para la preparación de los prepolímeros y semiprepolímeros adecuados para la utilización como el componente poliisocianato.

Según una forma de realización preferida adicional del procedimiento inventivo, el componente polioliol presenta una funcionalidad de OH media de entre 1,5 y 4, en particular de entre 2 y 3.

5 La composición de recubrimiento que resulta útil en el procedimiento según la invención puede incluir uno o más catalizadores. Típicamente se añade un catalizador en el caso de que la composición comprenda una polioliol. Entre los catalizadores útiles se incluyen sales de organoestaño, tales como dilaurato de dibutilestaño, diacetato de dibutilestaño, dilaurato de dimetilestaño, octoato estano, óxido de bis(laurildibutilestaño), dimercáptido de dibutilestaño y dimercáptido de dibutilestaño.

10 Las composiciones de recubrimiento para la utilización en el procedimiento según la invención pueden contener adicionalmente otros agentes auxiliares y aditivos utilizados convencionalmente en los recubrimientos de poliurea y/o poliuretano/urea, en particular pigmentos, rellenos, agentes de nivelación, agentes antisedimentación, antioxidantes, estabilizadores de UV, solventes y similares.

15 Los solventes adecuados son los conocidos en la química de la poliurea y entre ellos se incluyen ésteres, cetonas e hidrocarburos aromáticos.

20 En las composiciones de recubrimiento, la proporción en peso entre la cantidad total de componentes ligantes y la cantidad de solvente es particularmente de entre aproximadamente 60:40 y 100:0, preferentemente de entre aproximadamente 80:20 y 100:0.

25 Las propiedades de los recubrimientos obtenidos mediante el procedimiento descrito anteriormente pueden ajustarse en particular mediante la elección adecuada de la naturaleza y proporciones de los componentes de partida.

30 La composición de recubrimiento comprende partículas magnéticas y/o magnetizables que se seleccionan de entre sustancias paramagnéticas, superparamagnéticas y/o ferromagnéticas, en particular del grupo que comprende hierro, óxidos de hierro, especialmente óxidos de hierro mixtos con otros óxidos metálicos del grupo de elemento de transición, tales como óxidos de hierro-níquel, ferrosiliconas o combinaciones de los mismos.

Una forma de realización particularmente preferida del procedimiento inventivo está caracterizada por que las partículas magnéticas y/o magnetizables presentan un diámetro de partícula medio de entre 1 nm y 1.000 µm, en particular de entre 50 nm y 500 µm.

35 La composición de recubrimiento típicamente comprende entre 25% y 50% en peso de ligante polimérico, entre 50% y 75% en peso de partículas magnéticas y/o magnetizables y opcionalmente hasta 5% en peso de aditivos tales como rellenos, extensores, pigmentos, plastificantes, modificadores de la reología, espesantes, solventes, adherentes, estabilizadores de UV o combinaciones de los mismos.

40 Para poner en práctica el procedimiento según la invención, las composiciones de recubrimiento para la utilización según la invención se aplican como una o más capas en el sustrato mediante procedimientos conocidos, tales como el recubrimiento con cepillo o mediante aplicadores de rodillo, rasqueta de goma, espátula o cuchilla Dr. Blade.

45 El procedimiento según la invención resulta adecuado para la formación de recubrimientos sobre una superficie, por ejemplo una superficie cementosa. El procedimiento resulta particularmente útil para el recubrimiento de una superficie de suelo, en particular una superficie de suelo que presenta una capa cementosa con una humedad relativa de por lo menos 75%, preferentemente superior a 80%, más preferentemente de entre 82% y 98% según ASTM F 2170-11, en particular de entre 85% y 95%. Todavía más preferentemente, la superficie y/o la capa de material cementoso presenta una humedad relativa de entre 88% y 95%, más preferentemente de entre 90% y 95%.

50 Tras el recubrimiento del sustrato cementoso, los recubrimientos se secan y se curan a una temperatura de entre aproximadamente -5°C y 40°C. El curado preferentemente se lleva a cabo a una temperatura de entre 10°C y 30°C.

55 La presente invención se describe con mayor detalle con los ejemplos siguientes.

Ejemplos

1. Materiales utilizados

60 a. Aditivo magnético: ferrosilicio Cyclone 60: ferrosilicio al 15% atomizado, disponible a partir de M&M Alloys.

Hoja de datos técnicos:

Composición química básica	
Elemento	Especificación (%)
Silicio	14 a 16

ES 2 529 992 T3

Hierro	80 mín.
Carbono	0,5 máx.
Aluminio	0,04 típicamente
Titanio	0,05 típicamente

Propiedades físicas	
Densidad relativa	6,7 a 7,1 g/ml
Densidad aparente	3,3 a 4,0 g/ml

Distribución de tamaños de partícula (fina)	
Tamaño de partícula (micrómetros)	% acumulativo que pasa típico
355	99
150	95
106	87
75	75
63	67
45	54
Límites - 45	45 a 65

Distribución de tamaños de partícula (gruesa)	
Tamaño de partícula (micrómetros)	% acumulativo que pasa típico
355	99
150	90
106	83
75	68
63	59
45	38
Límites - 45	32 a 42

Distribución de tamaños de partícula (Cyclon 60)	
Tamaño de partícula (micrómetros)	% acumulativo que pasa típico
355	100
150	99
106	97
75	90
63	83
45	70
Límites - 45	65 a 75

5

b. Ligante de poliurea.

Se preparó una composición de ligante de dos partes, aspartato-poliurea de éster (AE-PUREA)

10 AE-PUREA - Parte A:

Nombre comercial	Composicion	Cantidad (% en peso)	Disponible en
Desmophen NH 1420	Reactivo aminofuncional	90,92	Bayer
Agitan DF 6420	Antiespumante	1,82	Univar
BYK A530	Agente antiespumante	1,82	Blagden Chemicals o BYK
BYK 340	Agente humectante siloxano modificado con poliéter	0,14	Blagden Chemicals o BYK
Sylosiv A3	Aluminosilicato cristalino altamente poroso micronizado	2,66	Grace Davison
Cab-o-sil TS720	Sílice ahumado tratado (área superficial intermedia)	2,64	Univar o Cabot Corporation

AE-PUREA - Parte B:

Nombre comercial	Composición	Cantidad (% en peso)	Disponible en
Desmodur N3400	Resina de poliisocianato alifática sin solvente a base de diisocianato de hexametileno (HDI)	75	Bayer
Desmodur XP 2599	Prepolímero a base de HDI alifático que presenta grupos éter	25	Bayer

5 Se preparó una composición de recubrimiento de ligante de poliurea mediante la mezcla de la Parte A y la Parte B de AE-PUREA en una proporción de 1,35:1 (en volumen) o de 100:79 (en peso).

c. Ligante epoxi comparativo

10 Se utilizó ligante epoxi en el Ejemplo comparativo C-1: recubrimiento epoxi 3M Scotchkote 162CR, disponible comercialmente de 3M. El ligante epoxi era un recubrimiento epoxi sin solventes (100% sólidos) con una permeabilidad al vapor de agua de 1,2 g mm m²/24 h. Para una película de grosor nominal de 0,5 mm, lo anterior es equivalente a una tasa de transmisión de vapor de agua de 0,1 g h⁻¹ m².

2. Métodos de ensayo

15

a. Transmisión de vapor de agua

20 Se evaluaron las características de transmisión del vapor de agua de las composiciones según ASTM D1653, "Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Organic Coating Films", utilizando el procedimiento de ensayo B (copa de permeabilidad). Todos los ensayos se llevaron a cabo por duplicado.

b. Adhesión

25 La adhesión se midió mediante el procedimiento de tracción directa según ASTM 4541. Los valores de adhesión se expresan en MPa.

3. Ejemplo 1, ejemplo de referencia Ref-1 y Ejemplo comparativo C-1

30 Los ejemplos 1(a) y 1(b) se prepararon mediante la mezcla de ferrosilicio Cyclon 60 (Fe) con la mezcla de recubrimiento AE-PUREA en una proporción de 4,5 kg de Fe y 2,52 kg de composición ligante de poliurea (partes A+B). La composición contenía 64,1% en peso de Fe basado en el peso total de la composición de recubrimiento). Se prepararon los ejemplos de referencia Ref-1 (a) y Ref-1 (b) sin partículas magnéticas. Se preparó el Ejemplo comparativo C-1 con recubrimiento epoxi 3M Scotchkote 162CR. Las composiciones de recubrimiento se utilizaron para recubrir y se secaron a temperatura ambiente. El grosor de recubrimiento final se registra en las tablas, a
35 continuación.

Ensayo de transmisión de vapor de agua:

40 Los recubrimientos del Ejemplo 1 y del Ejemplo de referencia Ref-1 se sometieron a ensayo para la transmisión del vapor de agua. Se proporcionan los resultados en las Tablas 1 a 4.

Tabla 1: ensayos de transmisión de vapor de agua para el Ejemplo 1

Muestra	Ejemplo 1 (a)		Ejemplo 1 (b)	
Grosor de película (cm)	0,07		0,08	
		Dif. en peso		Dif. en peso
Peso inicial	111,88		103,61	
Día 1	111,84	0,04	103,570	0,04
2	111,82	0,02	103,53	0,04
3	111,82	0	103,52	0,01
6	111,78	0,04	103,49	0,03
7	111,77	0,01	103,44	0,05
9	111,75	0,02	103,39	0,05
10	111,75	0	103,37	0,02
13	111,73	0,02	103,37	0
15	111,68	0,05	103,31	0,06
17	111,67	0,01	103,3	0,01

ES 2 529 992 T3

20	111,64	0,03	103,28	0,02
22	111,59	0,05	103,25	0,03
24	111,54	0,05	103,2	0,05
27	111,51	0,03	103,16	0,04
28	111,51	0	103,15	0,01
Pérdida de peso total (g)		0,37		0,46
Tiempo transcurrido (h)		672		672

El área de ensayo era de 0,000963 m².

Se resumen los resultados en la Tabla 2:

5

Tabla 2: ensayo de transmisión del vapor de agua Ej. 1: resumen

Ej. 1 (a)	Tasa de transmisión de vapor de agua	0,572	g h ⁻¹ m ⁻²
	Permeabilidad al vapor de agua	9,600	g mm m ⁻² /24 h
Ej. 1 (b)	Tasa de transmisión de vapor de agua	0,711	g h ⁻¹ m ⁻²
	Permeabilidad al vapor de agua	13,600	g mm m ⁻² /24 h
Ej. 1 promedio	Permeabilidad al vapor de agua	11,600	g mm m ⁻² /24 h

Tabla 3: ensayos de transmisión del vapor de agua para Ref-1

10

Muestra	Ref-1 (a)		Ref-1 (b)	
Grosor de película (cm)	0,045		0,035	
		Dif. en peso		Dif. en peso
Peso inicial	102,04		108,25	
Día 1	102,01	0,03	108,200	0,05
2	101,97	0,04	108,17	0,03
5	101,91	0,06	108,09	0,08
6	101,89	0,02	108,05	0,04
7	101,89	0	108,03	0,02
9	101,75	0,14	107,94	0,09
12	101,68	0,07	107,89	0,05
13	101,67	0,01	107,89	0
14	101,6	0,07	107,84	0,05
16	101,49	0,11	107,84	0
21	101,38	0,11	107,76	0,08
22	101,31	0,07	107,68	0,08
23	101,27	0,04	107,68	0
26	101,2	0,07	107,63	0,05
27	101,17	0,03	107,62	0,01
28	101,13	0,04	107,59	0,03
Pérdida de peso total (g)		0,91		0,66
Tiempo transcurrido (h)		672		672

El área de ensayo era de 0,000963 m².

Se resumen los resultados en la Tabla 4:

15

Tabla 4: ensayo de transmisión del vapor de agua Ref-1: resumen

Ref-1 (a)	Tasa de transmisión de vapor de agua	1,407	g h ⁻¹ m ⁻²
	Permeabilidad al vapor de agua	15,200	g mm m ⁻² /24 h
Ref-1 (b)	Tasa de transmisión de vapor de agua	1,020	g h ⁻¹ m ⁻²
	Permeabilidad al vapor de agua	8,600	g mm m ⁻² /24 h
Ref-1 promedio	Permeabilidad al vapor de agua	11,900	g mm m ⁻² /24 h

20 A partir de los resultados anteriormente proporcionados puede observarse que la inclusión del aditivo ferrosilicio presenta un impacto mínimo sobre las características inherentes de transmisión del vapor de agua del recubrimiento de AE-PUREA, proporcionando de esta manera una composición de recubrimiento de suelos magnético y/o magnetizable con un nivel elevado de permeabilidad al vapor de agua.

Ensayos de adherencia:

5 Con el fin de llevar a cabo los ensayos de adherencia, se prepararon bloques de recrecido polimérico que habían sido sellados en todas las caras excepto una mediante la utilización de múltiples capas de un recubrimiento epoxi (recubrimiento epoxi 3M Scotchkote 162CR). Se saturaron los bloques con agua (contenido de humedad>95%) o se dejaron secos (contenido de humedad>10%). A continuación, se recubrió la cara "de ensayo" final con la composición de recubrimiento respectiva (recubrimiento del Ej. 1, REF-1 y C-1). Se registró el peso de cada panel de ensayo antes y después del ensayo y se midió el nivel de adherencia mediante el procedimiento de tracción directa según la norma ASTM nº 4541. Se registraron los resultados en la Tabla 5. En cada caso el procedimiento de fallo era un fallo cohesivo dentro del recrecido polimérico.

Tabla 5: contenido de humedad y adherencia

Contenido de humedad de bloque de recrecido antes del recubrimiento (%)	Recubrimiento	Diferencia de peso tras 21 días almacenado a 40°C (g)	Nivel de adherencia del recubrimiento (MPa)
>95	Ref-1	-11,16	3,4
>95	Ej. 1	-9,81 (*)	3,6
>95	C-1	-2,04 (*)	2,8
<10	Ej. 1	-1,47	3,6

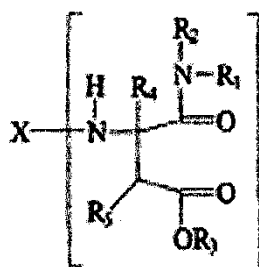
15 (*): valor promedio de 2 ensayos

20 Los ensayos demuestran que la pérdida de humedad de los bloques saturados era mucho más alta con los recubrimientos de AE-PUREA del Eje. 1 o de Ref. 1 en comparación con el recubrimiento epoxi comparativo, demostrando que estos recubrimientos permiten pasar el vapor de agua.

25 Los resultados demuestran además que el nivel de adherencia del recubrimiento de AE-PUREA utilizado para el procedimiento inventivo no resulta afectado por el contenido de humedad del bloque. Se demuestra asimismo que la humedad atrapada en el recrecido por el recubrimiento de epoxi comparativo ha reducido la resistencia cohesiva del recrecido polimérico.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para proporcionar una superficie, en particular una superficie de suelo, con una capa de una composición de recubrimiento magnética y/o magnetizable, presentando la superficie por lo menos una capa de material cementoso, en el que el procedimiento comprende la etapa de extender la capa de la composición de recubrimiento sobre la superficie, comprendiendo la composición de recubrimiento un ligante polimérico y partículas magnéticas y/o magnetizables, caracterizado por que la capa de la composición de recubrimiento presenta una tasa de transmisión del vapor de agua de por lo menos 0,25 g h⁻¹m⁻² según ASTM D1653 y la superficie y/o la capa de material cementoso presenta una humedad relativa superior a 75% según ASTM F 2170-11.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la superficie y/o la capa de material cementoso presenta una humedad relativa de 80 a 98% según ASTM F 2170-11, en particular de 85 a 95%.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que la capa de material cementoso es una capa de recredido o una capa de recredido flotante.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por que la capa de la composición de recubrimiento se extiende directamente sobre la capa de material cementoso.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la capa de la composición de recubrimiento presenta una tasa de transmisión del vapor de agua según ASTM D1653 de por lo menos 0,30 gh⁻¹m⁻², preferentemente por lo menos 0,35 gh⁻¹m⁻², más preferentemente por lo menos 0,4 gh⁻¹m⁻².
6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el ligante polimérico se prepara a partir de una composición precursora que comprende:
- A) un componente poliisocianato,
 - B) un componente que contiene grupo amina,
 - C) opcionalmente un componente poliol,
 - D) opcionalmente uno o más catalizadores,
 - E) opcionalmente un material seleccionado de entre rellenos, extensores, pigmentos o combinaciones de los mismos.
7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que el componente poliisocianato presenta una funcionalidad de NCO media de 1,5 a 4, en particular de 2 a 3.
8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por que el componente poliisocianato comprende un prepolímero de poliisocianato derivado de la uretdiona, el biuret o el isocianurato de diisocianato de hexametileno (HDI) o cualquier combinación de los mismos, mezclado opcionalmente con un elemento del grupo que consiste en uretdiona, biuret o isocianurato de HDI o cualquier combinación de los mismos.
9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado por que el prepolímero de poliisocianato presenta un contenido de isocianato (NCO) de 5-15% en peso.
10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, caracterizado por que el componente poliisocianato comprende un prepolímero de poliisocianato derivado del trímero de isocianurato de HDI, mezclado con la uretdiona de HDI.
11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 10, caracterizado por que el componente que contiene grupo amina es un éster de aspartato o una composición de la fórmula general I:



fórmula (I)

en la que:

X es alquilo, alquileno, arilo o arileno con un valencia de n,

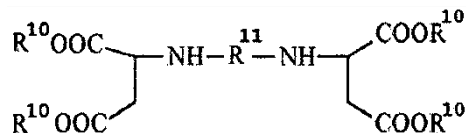
R₁, R₂, R₄ y R₅ se seleccionan cada uno independientemente de entre hidrógeno, alquilo o arilo,

R₃ es alquilo o arilo,

n es un número entero superior o igual a 1.

12. Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado por que n es 2 y X es alquileno o arileno.

13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 12, caracterizado por que el componente que contiene grupo amina es un éster aspártico o una composición de la fórmula general V:



Fórmula V

en la que R¹¹ es un grupo alifático preferentemente de 1 a 20 átomos de carbono y R¹⁰ es alquilo o arilo.

14. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 13, caracterizado por que el componente polioli opcional presenta una funcionalidad de OH media de 2 a 4, en particular de 2 a 3.

15. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 14, caracterizado por que el componente polioli opcional presenta un peso molecular medio en número de 2.000 a 10.000 g/mol, en particular de 3.000 a 9.000 g/mol.

16. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 15, caracterizado por que el componente polioli opcional se selecciona de entre polioles de poliéster, polioles de poliéter-poliéster, polioles de poliéter o combinaciones de los mismos.

17. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que las partículas magnéticas y/o magnetizables son seleccionadas de entre sustancias paramagnéticas, superparamagnéticas y/o ferromagnéticas, en particular seleccionadas de entre el grupo que comprende hierro, óxidos de hierro, especialmente óxidos de hierro mezclados con otros óxidos metálicos del grupo de los elementos de transición como óxidos de hierro-níquel, ferrosiliconas o combinaciones de los mismos.

18. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que las partículas magnéticas y/o magnetizables presentan un diámetro de partícula medio de 1 nm a 1.000 μm, en particular de 50 nm a 500 μm.

19. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la composición de recubrimiento comprende de 25 a 50% en peso de ligante polimérico, de 50 a 75% en peso de partículas magnéticas y/o magnetizables y opcionalmente hasta 5% en peso de aditivos tales como rellenos, extensores, pigmentos, plastificantes, modificadores de la reología, solventes, estabilizadores de UV o combinaciones de los mismos.

20. Superficie, en particular una superficie de suelo que comprende por lo menos una capa de material cementoso que soporta una capa de una composición de recubrimiento que comprende un ligante polimérico y partículas magnéticas y/o magnetizables, en la que la capa de la composición de recubrimiento presenta una tasa de transmisión del vapor de agua de por lo menos 0,25 gh⁻¹m⁻² según ASTM D1653, y la superficie y/o la capa de material cementoso presenta una humedad relativa superior a 75% según ASTM F 2170-11 cuando se aplica la capa de la composición de recubrimiento.