



(21) 申請案號：108114284

(22) 申請日：中華民國 108 (2019) 年 04 月 24 日

(51) Int. Cl. :

*C04B24/24 (2006.01)**C04B24/18 (2006.01)**C04B24/16 (2006.01)**C04B24/38 (2006.01)**C04B28/00 (2006.01)**C04B103/30 (2006.01)*

(30) 優先權：2018/04/25 日本

2018-083876

2019/03/20 日本

2019-053248

(71) 申請人：日商信越化學工業股份有限公司 (日本) SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD. (JP)
日本

(72) 發明人：山川勉 YAMAKAWA, TSUTOMU (JP)

(74) 代理人：林志剛

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：5 項 圖式數：0 共 27 頁

(54) 名稱

減水劑組成物之製造方法、減水劑組成物及水硬性組成物

(57) 摘要

本發明課題在於提供一種為高固形分濃度，且可改善包含具有高 Na⁺ 離子濃度之減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑的減水劑組成物之保存穩定性的減水劑組成物之製造方法。

解決手段為，在包含藉由高速攪拌機將減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑予以攪拌之步驟的減水劑組成物之製造方法中，前述減水劑的固形分濃度為 10 ~ 25 質量%，且前述減水劑的 Na⁺ 離子濃度為 8,500ppm 以上，將前述高速攪拌機中之攪拌子的周速設為 8.50m/s 以上，而得到減水劑組成物剛製造後至靜置 72 小時後之沉降體積為 80 體積% 以上的減水劑組成物。

A water-reducing composition is obtained by a method for preparing the water-reducing composition, the method including stirring a water-reducing agent, a water-soluble cellulose ether, a gum and a defoamer by a high speed stirrer, in which the water-reducing agent has a solid component concentration of 10 to 25% by weight and an Na⁺ ion concentration of 8,500 ppm or higher, and in which a stirring element in the high speed stirrer has a peripheral speed of 8.50 m/s or higher, and the water-reducing composition has a sedimentation volume of 80% by volume or higher after being left standing for 72 hours from immediately after preparing the water-reducing composition, or being dispersion.

【發明說明書】

【中文發明名稱】

減水劑組成物之製造方法、減水劑組成物及水硬性組成物

【英文發明名稱】

PREPARATION OF WATER-REDUCING COMPOSITION, WATER-REDUCING COMPOSITION AND HYDRAULIC COMPOSITION

【技術領域】

【0001】本發明係有關於一種減水劑組成物之製造方法、減水劑組成物及水硬性組成物。

【先前技術】

【0002】水硬性組成物係至少包含水泥等水硬性物質、細骨料及/或粗骨料等骨料及水的組成物，由於為比重、粒形狀、粒徑相異之無機物的集合體，而為容易發生材料分離之組成物，故有人透過使用水溶性高分子來嘗試加以改善。例如，水溶性纖維素醚係在pH為12以上之強鹼性的水硬性組成物中也能增黏的極少數非離子性水溶性高分子，而經使用於水硬性組成物。

【0003】然而，由於水溶性纖維素醚一般係以粉末使用，與液態的其他混練劑相比，有操作處理性較差，且添加時容易結塊，或添加微量時會飛散而不易添加期望的量

的問題。

【0004】 為了解決此等問題，有人提出一種預先將水溶性纖維素醚、消泡劑、膠類及減水劑混合而成的減水劑組成物(一液型減水劑)(日本特開2016-056081號公報(專利文獻1))。

【0005】 然而，於專利文獻1中，係透過使用膠類來嘗試改善減水劑組成物的保存穩定性，而若為高固形分濃度或高Na⁺離子濃度之減水劑時，減水劑組成物的保存穩定性有時較差，而有改善的空間。只要在減水劑組成物中可摻混高固形分濃度或高Na⁺離子濃度的減水劑，便無需為了使減水劑組成物穩定，而將減水劑稀釋來使用，因此減水劑組成物對水硬性組成物的添加量取少量即足夠，而有減水劑的種類、固形分濃度等不易受限，可作為減水劑組成物利用之減水劑的使用範圍更廣的優點。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0006】

[專利文獻1] 日本特開2016-056081號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

【0007】 本發明係有鑑於上述實情而完成者，茲以提供一種為高固形分濃度，且可改善包含具有高Na⁺離子濃度之減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑的減水劑組

成物之保存穩定性的減水劑組成物之製造方法、減水劑組成物以及包含其之水硬性組成物為目的。

[解決課題之手段]

【0008】在減水劑組成物中，減水劑的固形分濃度或 Na^+ 離子濃度若達一定限度濃度以上則水溶性纖維素醚便無法溶解，發生析出現象(鹽析)，無法達到穩定而沉降。專利文獻1中，為了抑制經鹽析之水溶性纖維素醚粒子的沉降而添加膠類來提升減水劑組成物的黏度。然而，由於此亦有其限度，當減水劑中的固形分濃度達10質量%以上，且 Na^+ 離子濃度達8500ppm以上時，水溶性纖維素醚分會沉降而導致減水劑組成物的保存穩定性變差。

本案發明人為解決此問題而針對減水劑組成物之製造條件致力進行研究的結果，在將具有高固形分濃度及高 Na^+ 離子濃度之減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑攪拌來製造減水劑組成物時，意外發現藉由使高速攪拌機之攪拌子的旋轉達一定速度以上，可改善減水劑組成物的保存穩定性。亦即，一般為了防止水溶性纖維素醚的沉降，係藉由使高速攪拌機之攪拌子的旋轉達一定的速度以上而使其分散，而在包含具有親水基及親油基之水溶性纖維素醚及減水劑的減水劑組成物中充分地分散而達穩定，因此，對於水溶性纖維素醚的鹽析，即使提高攪拌機的旋轉數也難以認定可避免其鹽析而容易達到一液化(均勻的分散)且呈穩定。然而，就實驗的結果可知，藉由使高速

攪拌機之攪拌子的旋轉達一定的周速以上，不僅容易達到一液化(均勻的分散)，且一液化之狀態(均勻的分散狀態)長時間呈穩定。

本案發明人係基於此見解進一步致力進行研究而終至完成本發明。

【0009】亦即，本發明係提供下述減水劑組成物之製造方法、減水劑組成物以及水硬性組成物。

1.

一種減水劑組成物之製造方法，其係包含藉由高速攪拌機將減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑予以攪拌之步驟的減水劑組成物之製造方法，前述減水劑的固形分濃度為10～25質量%，且前述減水劑的Na⁺離子濃度為8,500ppm以上，前述高速攪拌機中之攪拌子的周速為8.50 m/s以上。

2.

如1之減水劑組成物之製造方法，其中前述減水劑為聚羧酸系減水劑。

3.

如1或2之減水劑組成物之製造方法，其中前述高速攪拌機為轉子-定子型混合機或圓筒壁旋轉混合機。

4.

一種減水劑組成物，其係包含減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑的減水劑組成物，其中前述減水劑的固形分濃度為10～25質量%，且前述減水劑的Na⁺離子濃度

為 8,500ppm 以上，前述減水劑組成物剛製造後至靜置 72 小時後之沉降體積為 80 體積 % 以上。

5.

一種水硬性組成物，其係包含如 4 之減水劑組成物、水硬性物質及水。

[發明之效果]

【0010】 根據本發明，縱為使用具有既定的固形分濃度及離子濃度之減水劑的減水劑組成物，仍可改善其保存穩定性，使用於水硬性組成物時的抑制滲出效果或防止骨料等的材料分離之效果可期。

【實施方式】

[實施發明之形態]

【0011】 以下就本發明之減水劑組成物之製造方法、減水劑組成物以及水硬性組成物加以說明。此外，此處所稱數值範圍「A~B」，係包含兩端之數值者，係指 A 以上 B 以下。

【0012】

[減水劑組成物之製造方法]

本發明之減水劑組成物之製造方法係包含藉由高速攪拌機將減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑予以攪拌之步驟的減水劑組成物之製造方法，其特徵為：前述減水劑的固形分濃度為 10~25 質量 %，且前述減水劑之根據離

子層析法的 Na^+ 離子濃度為8,500ppm以上，前述高速攪拌機中之攪拌子的周速為8.50m/s以上。

此外，減水劑組成物係指至少包含減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑之用於水硬性組成物的混練劑(一液型減水劑)。

【0013】於此，作為減水劑，可舉出聚羧酸系減水劑、木質素系減水劑、三聚氰胺系減水劑等。

【0014】其中，作為聚羧酸系減水劑之具體示例，可舉出聚羧酸醚系化合物、聚羧酸醚系化合物與交聯聚合物之複合體、聚羧酸醚系化合物與配向聚合物之複合體、聚羧酸醚系化合物與高改性聚合物之複合體、聚醚羧酸系高分子化合物、馬來酸共聚物、馬來酸酯共聚物、馬來酸衍生物共聚物、含羧基之聚醚系化合物、具末端磺基之含聚羧酸基之多元聚合物、聚羧酸系接枝共聚物、聚羧酸醚系聚合物等。

作為木質素系減水劑之具體示例，可舉出木質素磺酸鹽及其衍生物等。

作為三聚氰胺系減水劑之具體示例，可舉出三聚氰胺磺酸甲醛縮合物、三聚氰胺磺酸鹽縮合物、三聚氰胺磺酸鹽多元醇縮合物等。

此等當中，基於通用性觀點，較佳使用聚羧酸系減水劑。

【0015】減水劑可視目的而單獨使用或併用2種以上來使用，亦可使用市售品。

【0016】減水劑的固形分濃度為10~25質量%，較佳為12~22.5質量%，更佳為13~20質量%。未達10質量%時，與本發明無關，有時減水劑組成物仍顯示良好的保存穩定性。又，若超過25質量%，則不易達到一液化(均勻的分散)。

【0017】此外，減水劑的固形分濃度可如下測定。

首先，取約5g的減水劑至16ml秤量瓶中，測定其質量，亦即乾燥前之減水劑的質量(g)。然後，以105℃的乾燥機乾燥至達恆重值，並測定乾燥後之減水劑的質量(g)。

使用測得之乾燥前及乾燥後之減水劑的質量，根據下述算式算出固形分濃度。

固形分濃度(質量%)=(乾燥後之減水劑的質量(g)/乾燥前之減水劑的質量(g))×100

【0018】又，減水劑的Na⁺離子濃度為8,500ppm以上，較佳為9,000~14,000ppm，更佳為9,000~13,000ppm，再更佳為9,000~12,000ppm。未達8,500ppm時，與本發明無關，有時減水劑組成物仍顯示良好的保存穩定性。

【0019】此外，減水劑的Na⁺離子濃度係根據離子層析法所測得的值。其細節係敘述於實施例。

【0020】於減水劑組成物中，減水劑係達基準量(例如100質量份)，並對此減水劑以既定比率添加水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑。此外，在調製水硬性組成物時，減

水劑的添加量，基於混凝土的流動性及耐材料分離性、緩凝等觀點，相對於單位水泥量(kg/m^3)，係以較佳為0.1~3.0質量%，更佳為0.5~2.0質量%的方式使用減水劑組成物。

【0021】水溶性纖維素醚較佳為非離子性者，可舉出甲基纖維素等烷基纖維素；羥乙基纖維素及羥丙基纖維素等羥烷基纖維素；及羥丙基甲基纖維素、羥乙基甲基纖維素及羥乙基乙基纖維素等羥烷基烷基纖維素。水溶性纖維素醚可視目的而單獨使用或併用2種以上來使用。又，水溶性纖維素醚可使用市售品，亦可使用依周知方法所製造者。

【0022】上述烷基纖維素當中，於甲基纖維素中，甲氧基的取代度(DS)較佳為1.00~2.20，更佳為1.20~2.00。此外，烷基纖維素中之烷氧基的取代度(DS)可藉由將可根據第17次修訂日本藥典之甲基纖維素的取代度分析方法而測定的值換算來求得。

【0023】上述羥烷基纖維素當中，於羥乙基纖維素中，羥乙氧基的取代莫耳數(MS)較佳為0.30~3.00，更佳為0.50~2.80；於羥丙基纖維素中，羥丙氧基的取代莫耳數(MS)較佳為0.10~3.30，更佳為0.30~3.00。此外，羥烷基纖維素中之羥烷氧基的取代莫耳數可藉由將可根據第17次修訂日本藥典之羥丙基纖維素的取代度分析方法而測定的值換算來求得。

【0024】上述羥烷基烷基纖維素當中，於羥丙基甲基

纖維素中，甲氧基的取代度(DS)較佳為1.00~2.20，更佳為1.30~1.90，羥丙氧基的取代莫耳數(MS)較佳為0.10~0.60，更佳為0.10~0.50。又，於羥乙基甲基纖維素中，甲氧基的取代度(DS)較佳為1.00~2.20，更佳為1.30~1.90，羥乙氧基的取代莫耳數(MS)較佳為0.10~0.60，更佳為0.20~0.40。再者，於羥乙基乙基纖維素中，甲氧基的取代度(DS)較佳為1.00~2.20，更佳為1.20~2.00，羥乙氧基的取代莫耳數(MS)較佳為0.05~0.60，更佳為0.10~0.50。此外，羥烷基烷基纖維素中之烷氧基的取代度及羥烷氧基的取代莫耳數可藉由將根據第17次修訂日本藥典所記載之羥丙甲纖維素(羥丙基甲基纖維素)的取代度分析方法而測定的值換算來求得。

【0025】此外，DS係表示取代度(degree of substitution)，係存在於纖維素之每單位葡萄糖環單元之烷氧基的個數；MS係表示取代莫耳數(molar substitution)，係加成於纖維素之每單位葡萄糖環單元之羥烷氧基的平均莫耳數。

【0026】就水溶性纖維素醚而言，基於賦予耐材料分離性之觀點，上述例示者當中，較佳為羥丙基甲基纖維素及羥乙基甲基纖維素等之羥烷基烷基纖維素。

【0027】水溶性纖維素醚之1質量%水溶液於20℃下的黏度，基於對水硬性組成物賦予既定之黏性的觀點，較佳為30~30,000mPa·s，更佳為300~25,000mPa·s，再更佳為500~20,000mPa·s，特佳為500~3,000mPa·s。

此外，水溶性纖維素醚之1質量%水溶液於20℃下的黏度可使用B型黏度計，以12rpm之測定條件來測定。

【0028】水溶性纖維素醚的添加量，基於對水硬性組成物賦予既定之黏性的觀點，相對於減水劑(100質量%(100質量份))，較佳為0.1~5.0質量%(質量份)，更佳為0.5~3.0質量%(質量份)。

【0029】作為膠類，可舉出代尤坦膠、維綸膠、黃原膠、結冷膠等。

【0030】此等當中，代尤坦膠係由D-葡萄糖、D-葡萄糖醛酸、D-葡萄糖與L-鼠李糖及2個L-鼠李糖所構成。

維綸膠係於將D-葡萄糖、D-葡萄糖醛酸、L-鼠李糖以2:2:1的比例鍵結而成的主鏈上，鍵結有L-鼠李糖或L-甘露糖側鏈的結構。

黃原膠係與纖維素相同，主鏈為D-葡萄糖之 β -1,4鍵，側鏈係由2個甘露糖與1個葡萄糖醛酸所構成。

結冷膠係將D-葡萄糖、D-葡萄糖醛酸、L-鼠李糖以2:1:1的比例鍵結，並以此鍵結而成之4個糖作為重複單元的異元多醣類。

【0031】膠類亦能以粉體或水溶液的任一形態來添加。

膠類可視目的而單獨使用或併用2種以上來使用。又，膠類可使用市售品。

【0032】膠類的添加量，若為代尤坦膠時，相對於減水劑(100質量%(100質量份))，較佳為0.005~2質量%(質量

份)，更佳為0.01~1質量%(質量份)，再更佳為0.1~0.8質量%(質量份)。

若為維綸膠、黃原膠、結冷膠時，相對於減水劑(100質量%(100質量份))，較佳為0.01~20質量%(質量份)，更佳為0.1~10質量%(質量份)，再更佳為0.5~8質量%(質量份)。

【0033】作為消泡劑，可舉出氧伸烷基系消泡劑、聚矽氧系消泡劑、醇系消泡劑、礦油系消泡劑、脂肪酸系消泡劑、脂肪酸酯系消泡劑等。

【0034】此等當中，作為氧伸烷基系消泡劑之具體示例，可舉出(聚)氧乙烯(聚)氧丙烯加成物等之聚氧伸烷基類；二乙二醇庚基醚、聚氧乙烯油基醚、聚氧丙烯丁基醚、聚氧乙烯聚氧丙烯2-乙基己基醚、對碳數8以上之高級醇或碳數12~14之2級醇的氧乙烯氧丙烯加成物等之(聚)氧伸烷基烷基醚類；聚氧丙烯苯基醚、聚氧乙烯壬基苯基醚等之(聚)氧伸烷基(烷基)芳基醚類；2,4,7,9-四甲基-5-癸炔-4,7-二醇、2,5-二甲基-3-己炔-2,5-二醇、3-甲基-1-丁炔-3-醇等對乙炔醇加成聚合環氧烷而成之乙炔醚類；二乙二醇油酸酯、二乙二醇月桂酸酯、乙二醇二硬脂酸酯、聚氧伸烷基油酸酯等之(聚)氧伸烷基脂肪酸酯類；聚氧乙烯山梨醇酐單月桂酸酯、聚氧乙烯山梨醇酐三油酸酯等之(聚)氧伸烷基山梨醇酐脂肪酸酯類；聚氧丙烯甲基醚硫酸鈉、聚氧乙烯十二烷基酚醚硫酸鈉等之(聚)氧伸烷基烷基(芳基)醚硫酸酯鹽類；(聚)氧乙烯硬脂基磷酸酯等之(聚)

氧伸烷基烷基磷酸酯類；聚氧乙烯月桂基胺等之(聚)氧伸烷基烷基胺類；聚氧伸烷基醯胺等。

【0035】作為聚矽氧系消泡劑之具體示例，可舉出二甲基矽酮油、矽酮糊料、矽酮乳液、有機改性聚矽氧烷(二甲基聚矽氧烷等之聚有機矽氧烷)、氟矽酮油等。

作為醇系消泡劑之具體示例，可舉出辛醇、2-乙基己基醇、十六醇、乙炔醇、二醇類等。

作為礦油系消泡劑之具體示例，可舉出燈油、流動石蠟等。

作為脂肪酸系消泡劑之具體示例，可舉出油酸、硬脂酸、此等之環氧烷加成物等。

作為脂肪酸酯系消泡劑之具體示例，可舉出單蓖麻油酸甘油酯、烯基琥珀酸衍生物、山梨糖醇單月桂酸酯、山梨糖醇三油酸酯、天然蠟等。

此等當中，基於消泡性能觀點，較佳為氧伸烷基系消泡劑。

【0036】消泡劑的添加量，相對於減水劑(100質量%(100質量份))，較佳為0.001~16質量%(質量份)，更佳為0.002~10質量%(質量份)。

【0037】消泡劑可視目的而單獨使用或併用2種以上來使用。此外，消泡劑可使用市售品。

【0038】藉由高速攪拌機將以上之減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑攪拌，惟攪拌時的材料添加順序不特別限制。

【0039】本發明中所使用之高速攪拌機係具備能以高速旋轉之攪拌子(旋轉葉片)，及可藉由攪拌子的旋轉而將上述材料混合之容器的裝置，可舉出例如均質混合機(HM-310、AS ONE公司製)、高速均質混合機(LZB14-HM-1、中央理化公司製)等之轉子-定子型混合機、薄膜旋轉型高速混合機(FILMIX，PRIMIX公司製)等之圓筒壁旋轉混合機、均質機(PH91、SMT公司製)等，或應用此等原理之高速攪拌機。此等當中，較佳為轉子-定子型混合機或圓筒壁旋轉混合機。

【0040】作為高速攪拌機中之攪拌子(旋轉葉片)的種類，可舉出渦輪-定子型、薄膜旋轉型(PC輪)、分散機型及有孔籠型等；基於攪拌效率及減水劑組成物的保存穩定性觀點，較佳為渦輪-定子型及薄膜旋轉型(PC輪)。

【0041】高速攪拌機中之攪拌子的周速為8.50m/s以上，較佳為9.00～30.0m/s，更佳為9.00～25.0m/s。未達8.50m/s時，無法改善減水劑組成物的保存穩定性。此外，攪拌子的周速係指在高速攪拌機中旋轉之攪拌子(旋轉葉片)之最快部分(即攪拌子的最外周)的速度。攪拌子的周速 v (m/s)係由攪拌子的直徑 d (mm)、攪拌子的旋轉速度 n (rpm(每分鐘的旋轉數))，依下式求得。

$$v = \pi \times d \times n / 60,000$$

【0042】另外，攪拌子(旋轉葉片)的大小(直徑)，基於高速攪拌機的製造加工觀點，較佳為10～500mm。

【0043】高速攪拌機中之攪拌子(旋轉葉片)的旋轉速

度，基於分散性觀點，較佳為325rpm以上，較佳為1,200~50,000rpm，更佳為3,500~20,000rpm。

【0044】高速攪拌機的攪拌時間係攪拌子達目標周速後的時間，較佳為30秒以上，更佳為1分鐘以上。又，攪拌時間的上限不特別限制，基於有效的生產性觀點，較佳為60分鐘以下，更佳為10分鐘以下。

【0045】

[減水劑組成物]

本發明之減水劑組成物係根據上述本發明之減水劑組成物之製造方法而得者，其係至少包含減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑，較佳為由減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑所構成的減水劑組成物，其特徵為：前述減水劑的固形分濃度為10~25質量%，且減水劑之根據離子層析法的Na⁺離子濃度為8500ppm以上，前述減水劑組成物剛製造(一液化)後至靜置72小時後之沉降體積為80體積%以上。

又，根據本發明，亦可將前述減水劑組成物剛製造(一液化)後至168小時後之沉降體積設為70體積%以上。

【0046】此外，減水劑組成物的沉降體積未達80體積%時，由於水溶性纖維素醚的分離，即使將既定量的減水劑組成物添加於水硬性組成物中，仍無法加入所需量的水溶性纖維素醚，而發生材料分離。

【0047】此處所稱沉降體積，係指剛攪拌後之減水劑組成物的既定量(例如100ml)注入至既定外徑(例如32mm)

的有栓量筒，在室溫(20±3℃)下靜置一定時間時所觀察到之懸浮層(減水劑組成物層)相對於液體全體的體積比率(懸浮維持率)。此外，剛攪拌後之減水劑組成物的量及所用量筒的大小(外徑及高度)，於上述觀察時只要能以目視明確地確認液體全體中之懸浮層(減水劑組成物層)的高度(即液體全體中之上澄液與懸浮層的交界位置)則不特別制定。

【0048】

[水硬性組成物]

本發明之水硬性組成物，其特徵為至少包含上述之本發明之減水劑組成物、水硬性物質及水。

【0049】 作為水硬性組成物的具體用途，可舉出混凝土、砂漿及水泥漿等。

【0050】 混凝土用水硬性組成物係包含本發明之減水劑組成物、水硬性物質(水泥)、水、細骨料(沙)及粗骨料(礫石)，就其種類可舉出普通混凝土、中流動混凝土、高流動混凝土、水中不分離性混凝土及噴塗混凝土等。

【0051】 砂漿用水硬性組成物係包含本發明之減水劑組成物、水硬性物質(水泥)、水及細骨料(沙)，就其種類可舉出貼瓷磚用砂漿、補修用砂漿及自流平材料等。

【0052】 水泥漿用水硬性組成物係包含本發明之減水劑組成物、水硬性物質(水泥)及水，可舉出瓷磚系無機系建築材料之接著劑或填補構件與構件之空壁的灌漿材等。

【0053】 本發明之減水劑組成物在水硬性組成物中的

含量，基於賦予耐材料分離性之觀點，當水硬性組成物為混凝土用時，較佳為0.10～2.0質量%，更佳為0.5～1.5質量%；當水硬性組成物為砂漿用時，較佳為0.05～1.5質量%，更佳為0.10～1.0質量%；當水硬性組成物為水泥漿用時，較佳為0.02～1.0質量%，更佳為0.05～0.8質量%。

【0054】作為水硬性物質，可舉出普通波特蘭水泥、早強波特蘭水泥、中熱波特蘭水泥、高爐水泥、矽石水泥、飛灰水泥、高鋁水泥及超早強波特蘭水泥等水硬性水泥等。

【0055】就水硬性物質(水泥)的含量，基於確保強度之觀點，當水硬性組成物為混凝土用時，按混凝土每 1m^3 較佳為270～800kg。

當水硬性組成物為砂漿用時，按砂漿每 1m^3 較佳為300～1,000kg。

當水硬性組成物為水泥漿用時，按水泥漿每 1m^3 較佳為500～1600kg。

【0056】水可舉出自來水、海水等；基於鹽害觀點，較佳為自來水。

【0057】水硬性組成物中的水/水泥比(W/C)，基於材料分離觀點，較佳為30～75質量%，更佳為45～65質量%。

【0058】水硬性組成物係視其用途進一步包含骨料。作為骨料，可舉出細骨料及粗骨料。

【0059】就細骨料而言，較佳為河砂、山砂、陸地

砂、碎砂等。細骨料的粒徑(最大粒徑)較佳為5mm以下。

【0060】就粗骨料而言，較佳為河礫石、山礫石、陸地礫石、碎石等。粗骨料的粒徑(最大粒徑)係大於細骨料的粒徑，較佳為40mm以下，更佳為25mm以下。

【0061】就細骨料的含量，當水硬性組成物為混凝土用時，按混凝土每 1m^3 較佳為400~1,100kg，更佳為500~1,000kg；當水硬性組成物為砂漿用時，按砂漿每 1m^3 較佳為500~2,000kg，更佳為600~1,600kg。

【0062】就粗骨料的含量，當水硬性組成物為混凝土用時，按混凝土每 1m^3 較佳為600~1,200kg，更佳為650~1,150kg。

【0063】骨料中的細骨料比率(容積百分率)，當水硬性組成物為混凝土用時，基於保持流動性或充分的強度之觀點，較佳為30~55容積%，更佳為35~55容積%，再更佳為35~50容積%。此外，細骨料比率(容積%)=細骨料的容積/(細骨料的容積+粗骨料的容積) $\times 100$ 。

【0064】水硬性組成物中，為了抑制硬化時的放熱及提高硬化後的耐久性，可視需求添加混練材料。作為混練材料，可舉出高爐爐渣、飛灰等。

【0065】水硬性組成物中，為了確保既定的空氣量並獲得水硬性組成物的耐久性，亦可視需求併用AE劑(Air Entraining Agent)。作為AE劑，可舉出陰離子界面活性劑系、陽離子界面活性劑系、非離子界面活性劑系、兩性界面活性劑系、松香系界面活性劑系等之AE劑。

作為陰離子界面活性劑系，可舉出羧酸型、硫酸酯型、磺酸型、磷酸酯型等。

作為陽離子界面活性劑系，可舉出胺鹽型、一級胺鹽型、二級胺鹽型、三級胺鹽型、四級胺鹽型等。

作為非離子界面活性劑系，可舉出酯型、酯/醚型、醚型、烷醇醯胺型等。作為兩性界面活性劑系，可舉出胺基酸型、硫代甜菜鹼(sulfobetaine)型等。

作為松香系界面活性劑系，可舉出松香酸、新松脂酸、長葉松酸、海松酸、異海松酸、脫氫松香酸等。

【0066】水硬性組成物中，為了獲得水硬性組成物的強度，亦可視需求添加消泡劑。作為消泡劑，可舉出與上述相同者。

消泡劑的添加量，基於分散性觀點，相對於水溶性纖維素醚，較佳為1~50質量%。

【0067】此外，本發明之水硬性組成物中，為了管理剛拌合後之水硬性組成物(新拌混凝土、新拌砂漿或新拌水泥漿)的物性，可視需求使用氯化鈣、氯化鋰、甲酸鈣等促凝劑，或檸檬酸鈉、葡萄糖酸鈉等緩凝劑。

【0068】再者，本發明之水硬性組成物中，為了防止硬化・乾燥所引起的收縮龜裂、由水泥的水合反應熱所引起之伴隨溫度應力所產生的龜裂，可視需求添加藍方石系或石灰系膨脹材料。

【0069】以上所說明之水硬性組成物可藉由常用方法來製造。例如，首先對強制雙軸混練混合機加入本發明之

減水劑組成物、水硬性物質(水泥)及視需求而定的骨料(細骨料及粗骨料)、消泡劑並進行乾混練。其後，加水進行混練而得到水硬性組成物。

【0070】如以上所述，可提供一種至少包含固形分濃度為10~25質量%，且根據離子層析法的Na⁺離子濃度為8,500ppm以上的減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑並同時可改善保存穩定性的減水劑組成物及其製造方法以及水硬性組成物。

[實施例]

【0071】以下舉出實施例及比較例，對本發明更具體地加以說明，惟本發明不受此等實施例所限定。

【0072】

[實施例1~12、比較例1]

以下表1所示添加量的方式計量以下所示減水劑、水溶性纖維素醚、膠類、消泡劑，並對此等材料，利用下述高速攪拌機以表1所示攪拌條件(周速及旋轉速度)加以攪拌而製成減水劑組成物。

此外，攪拌時間均是在投入減水劑、水溶性纖維素醚、膠類、消泡劑之所有材料後設為1分鐘。又，膠類係以粉體狀態添加。

【0073】

<使用材料>

(1)減水劑：聚羧酸系減水劑(CHUPOL HP-11、竹本油脂

製)

(固形分濃度；24.3%、Na⁺離子濃度；16,000ppm)

減水劑係視需求以純水稀釋，調整成表1所示固形分濃度及Na⁺離子濃度(即14.0質量%及9,200ppm、16.0質量%及10,500ppm、17.0質量%及11,200ppm、20.0質量%及13,200ppm此4水準)來使用。

【0074】此外，減水劑中的Na⁺離子濃度係依下述方法測定。

對供予減水劑組成物之製造的減水劑之試料，以純水將其濃度稀釋成1/10,000，以0.2μm過濾器(商品名：Ekiclodisk(PTFE製)、Thermo Fisher Scientific公司製)過濾後，對過濾液在下述測定條件下，藉由離子層析儀(DIONEX ICS-1600、Thermo Fisher Scientific公司製)進行測定。

(測定條件)

保護管柱；CG14(Thermo Fisher Scientific公司製)

主管柱；CS14(Thermo Fisher Scientific公司製)

抑制器；CERS-500-4mm(Thermo Fisher Scientific公司製)

管柱溫度；30°C

液量；1ml/min

注入量；25μm

沖提液；10mM-MSA(甲磺酸)

沖提液係將2mol甲磺酸以純水稀釋成10mmol而調製。

【0075】

(2)水溶性纖維素醚：

- 羥丙基甲基纖維素(HPMC)

(DS；1.40、MS；0.20、1質量%水溶液於20℃下的黏度；2,200mPa·s)

- 羥乙基甲基纖維素(HEMC)

(DS；1.50、MS；0.20、1質量%水溶液於20℃下的黏度；2,100mPa·s)

- 羥乙基纖維素(HEC)

(DS；2.50、1質量%水溶液於20℃下的黏度；2,100mPa·s)

【0076】

(3)膠類：

- 代尤坦膠(DG)(KELCO-CRETE DG-F、CP Kelco公司製)
- 維綸膠(WG)(KELCO-CRETE WG、CP Kelco公司製)
- 黃原膠(XG)(KELTROL、CP Kelco公司製)

(4)消泡劑：氧伸烷基系消泡劑(SN DEFOAMER 14-HP、SAN NOPCO公司製)

【0077】

<高速攪拌機>

(1)均質混合機(HM-310、AS ONE公司製)

(攪拌子的種類：渦輪-定子型、攪拌子(旋轉葉片)的大小(直徑)：29mm)

(2)薄膜旋轉型高速混合機(FILMIX，PRIMIX公司製)

(攪拌子的種類：薄膜旋轉型(PC輪型)、攪拌子(旋轉葉片)的大小(直徑)：52mm)

【0078】

<評定方法>

對所得減水劑組成物，藉由以下方法測定沉降體積。

(沉降體積的測定)

取100ml上述剛製造後，亦即剛一液化(分散)後的減水劑組成物至有栓量筒(外徑32mm、容量100ml、IWAKI製)中，放置(靜置)於室溫($20\pm 3^{\circ}\text{C}$)下，按剛採取後(0小時後)、24小時後、72小時後、168小時後以目視觀察與上澄液之交界。根據相當於交界之刻度求出懸浮層(減水劑組成物層)相對於液體全體的體積比率(懸浮維持率)作為沉降體積。例如，與上澄液之交界為0mL時，沉降體積為100質量%；與上澄液之交界為90mL時，沉降體積為90質量%；與上澄液之交界為50mL時，沉降體積則為50質量%。

【0079】將以上結果示於表1。

結果發現：在包含具有10.0～25.0質量%的固形分濃度，且具有8,500ppm以上的 Na^+ 離子濃度之減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑的減水劑組成物的製造時，藉由將高速攪拌機的周速設為8.50m/s以上，可改善減水劑

組成物的保存穩定性。

【0080】

【表 1】

		實施例1	實施例2	實施例3	實施例4	實施例5	實施例6	實施例7	實施例8	實施例9	實施例10	實施例11	實施例12	比較例1
減水劑	種類	PC系	PC系	PC系	PC系	PC系	PC系	PC系	PC系	PC系	PC系	PC系	PC系	PC系
	固形分濃度(質量%)	16.0	16.0	16.0	16.0	14.0	17.0	20.0	16.0	16.0	16.0	16.0	16.0	16.0
	Na ⁺ 濃度(ppm)	10,500	10,500	10,500	10,500	9,200	11,200	13,200	10,500	10,500	10,500	10,500	10,500	10,500
	添加量	(ml)	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200
	(g)	212.2	212.2	212.2	212.2	210.6	213.0	215.2	212.2	212.2	212.2	212.2	212.2	212.2
水溶性纖維素醚	種類	HPMC	HPMC	HPMC	HPMC	HPMC	HPMC	HPMC	HEMC	HEC	HPMC	HPMC	HPMC	HPMC
	添加量 (g)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
膠類	種類	DG	DG	DG	DG	DG	DG	DG	DG	DG	WG	XG	DG	DG
	添加量 (g)	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.45	0.50	0.40	0.40
消泡劑	種類	OA系	OA系	OA系	OA系	OA系	OA系	OA系	OA系	OA系	OA系	OA系	OA系	OA系
	添加量 (g)	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6
攪拌機	種類	均質機	均質機	均質機	均質機	均質機	均質機	均質機	均質機	均質機	均質機	均質機	薄膜旋轉型	均質機
	攪拌子周速 (m/s)	8.65	9.11	15.18	22.78	9.11	9.11	22.78	9.87	9.87	9.87	9.87	10.60	8.35
	攪拌子旋轉速度 (rpm)	5,700	6,000	10,000	15,000	6,000	6,000	15,000	6,500	6,500	6,500	6,500	3,900	5,500
沉降體積 (體積%)	0小時後	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	24小時後	95	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	75
	72小時後	80	85	95	100	95	83	90	85	83	86	84	95	45
	168小時後	65	70	80	95	85	65	80	65	55	65	60	90	20

- PC系：聚羧酸系、HPMC：羥丙基甲基纖維素、
HEMC：羥乙基甲基纖維素、HEC：羥乙基纖維素、
DG：代尤坦膠、WG：維綸膠、XG：黃原膠、
OA系：氧伸烷基系

【0081】此外，迄此既已利用上述實施形態說明本發明，惟本發明並非受此實施形態所限定，其他實施形態、追加、變更、刪除等，可於本業者可思及之範圍內進行變更，而只要可發揮本發明之作用效果，任何樣態皆包含於本發明之範圍。



201945314

【發明摘要】

【中文發明名稱】

減水劑組成物之製造方法、減水劑組成物及水硬性組成物

【英文發明名稱】

PREPARATION OF WATER-REDUCING COMPOSITION, WATER-REDUCING COMPOSITION AND HYDRAULIC COMPOSITION

【中文】

本發明課題在於提供一種為高固形分濃度，且可改善包含具有高 Na^+ 離子濃度之減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑的減水劑組成物之保存穩定性的減水劑組成物之製造方法。

解決手段為，在包含藉由高速攪拌機將減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑予以攪拌之步驟的減水劑組成物之製造方法中，前述減水劑的固形分濃度為10~25質量%，且前述減水劑的 Na^+ 離子濃度為8,500ppm以上，將前述高速攪拌機中之攪拌子的周速設為8.50m/s以上，而得到減水劑組成物剛製造後至靜置72小時後之沉降體積為80體積%以上的減水劑組成物。

【 英文 】

A water-reducing composition is obtained by a method for preparing the water-reducing composition, the method including stirring a water-reducing agent, a water-soluble cellulose ether, a gum and a defoamer by a high speed stirrer, in which the water-reducing agent has a solid component concentration of 10 to 25% by weight and an Na⁺ ion concentration of 8,500 ppm or higher, and in which a stirring element in the high speed stirrer has a peripheral speed of 8.50 m/s or higher, and the water-reducing composition has a sedimentation volume of 80% by volume or higher after being left standing for 72 hours from immediately after preparing the water-reducing composition, or being dispersion.

【指定代表圖】無

【代表圖之符號簡單說明】無

【特徵化學式】無

【發明申請專利範圍】

【第1項】

一種減水劑組成物之製造方法，其係包含藉由高速攪拌機將減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑予以攪拌之步驟的減水劑組成物之製造方法，

前述減水劑的固形分濃度為10~25質量%，且前述減水劑的Na⁺離子濃度為8,500ppm以上，前述高速攪拌機中之攪拌子的周速為8.50m/s以上。

【第2項】

如請求項1之減水劑組成物之製造方法，其中前述減水劑為聚羧酸系減水劑。

【第3項】

如請求項1或2之減水劑組成物之製造方法，其中前述高速攪拌機為轉子-定子型混合機或圓筒壁旋轉混合機。

【第4項】

一種減水劑組成物，其係包含減水劑、水溶性纖維素醚、膠類及消泡劑的減水劑組成物，其中前述減水劑的固形分濃度為10~25質量%，且前述減水劑的Na⁺離子濃度為8,500ppm以上，前述減水劑組成物剛製造後至靜置72小時後之沉降體積為80體積%以上。

【第5項】

一種水硬性組成物，其係包含如請求項4之減水劑組成物、水硬性物質及水。