



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110316997 A

(43)申请公布日 2019.10.11

(21)申请号 201910247209.0

(22)申请日 2019.03.29

(30)优先权数据

102018107556.1 2018.03.29 DE

(71)申请人 SE特勒士有限责任两合公司

地址 德国威斯巴登

(72)发明人 H·克莱尔 U·巴茨 H·肯普夫

(74)专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 崔锡强

(51)Int.Cl.

C04B 24/38(2006.01)

权利要求书2页 说明书12页 附图1页

(54)发明名称

纤维素醚化合物用于增加水泥基砂浆的开放时间和改善水泥基砂浆的湿润性的用途

(57)摘要

本申请涉及纤维素醚化合物用于增加水泥基砂浆的开放时间和改善水泥基砂浆的湿润性的用途。描述了由纤维素醚和一种或多种液体消泡剂组成的配混料的用途。其优选用作干砂浆中的改性纤维素醚以增加开放时间。

1. 纤维素醚的用途,所述纤维素醚与一种或多种液体消泡剂共混,用于增加水泥基瓷砖粘合剂的开放时间和润湿以及用于在复合隔热系统中增加水泥抹灰和水泥基抹灰的加工时间。

2. 根据权利要求1的用途,其特征在于将所述液体消泡剂喷雾至或捏合至纤维素醚中,优选捏合至纤维素醚中。

3. 根据权利要求1或2的用途,其特征在于所述纤维素醚是羟乙基纤维素(HEC)、羟丙基纤维素(HPC)、甲基纤维素(MC)、甲基羟丙基纤维素(MHPC)、甲基羟乙基纤维素(MHEC)、乙基羟乙基纤维素(EHEC)或甲基乙基羟乙基纤维素(MEHEC)、羧甲基纤维素(CMC)、羧甲基羟乙基纤维素(CMHEC)、羧甲基羟丙基纤维素(CMHPC)、磺乙基甲基羟乙基纤维素(SEMHEC)、磺乙基甲基羟丙基纤维素(SEMHPC)。

4. 根据权利要求1至3中一项的用途,其特征在于所述甲基纤维素(MC)具有1.4至2.2、特别是1.6至2.0的 $DS_{\text{甲基}}$ ;甲基羟丙基纤维素(MHPC)具有1.2至2.2的 $DS_{\text{甲基}}$ 和0.1至1.0的 $MS_{\text{羟丙基}}$ ,特别地具有1.3至2.0的 $DS_{\text{甲基}}$ 和0.15至0.7的 $MS_{\text{羟丙基}}$ ;甲基羟乙基纤维素(MHEC)具有1.2至2.2的 $DS_{\text{甲基}}$ 和0.05至0.4的 $MS_{\text{羟乙基}}$ 、特别地具有1.4至1.9的 $DS_{\text{甲基}}$ 和0.1至0.35的 $MS_{\text{羟乙基}}$ ;羟乙基纤维素(HEC)具有1.2至4.0的 $MS_{\text{羟乙基}}$ 、特别优选1.6至3.5的 $MS_{\text{羟乙基}}$ ;乙基羟乙基纤维素(EHEC)具有0.5至1.5的 $DS_{\text{乙基}}$ 和1.5至3.5的 $MS_{\text{羟乙基}}$ ;甲基乙基羟乙基纤维素(MEHEC)具有0.2至2.0的 $DS_{\text{甲基}}$ 、0.05至1.5的 $DS_{\text{乙基}}$ 和0.2至3.5的 $MS_{\text{羟乙基}}$ ;羧甲基纤维素(CMC)具有0.4至1.0的 $DS_{\text{羧甲基}}$ ;羧甲基羟乙基纤维素(CMHEC)具有0.1至1.0的 $DS_{\text{羧甲基}}$ 和0.8至3.5的 $MS_{\text{羟乙基}}$ ;羧甲基羟丙基纤维素(CMHPC)具有0.1至1.0的 $DS_{\text{羧甲基}}$ 和0.8至3.3的 $MS_{\text{羟丙基}}$ ;磺乙基甲基羟乙基纤维素(SEMHEC)具有0.005至0.01的 $DS_{\text{磺乙基}}$ 、0.2至2.0的 $DS_{\text{甲基}}$ 和0.1至0.3的 $MS_{\text{羟乙基}}$ ;或磺乙基甲基羟丙基纤维素(SEMHPC)具有0.005至0.01的 $DS_{\text{磺乙基}}$ 、0.2至2.0的 $DS_{\text{甲基}}$ 和0.1至0.3的 $MS_{\text{羟丙基}}$ 。

5. 根据权利要求1至4中一项的用途,其特征在于纤维素醚具有10至5000的平均聚合度 $DP_w$ 。

6. 根据权利要求1至5中一项的用途,其特征在于纤维素醚的粘度为1至20 000mPa s、优选100至15 000mPa s、特别优选1000至12 000mPa s,使用Brookfield RV、20rpm、在20°C和20°dH的水中测量,其中在纤维素醚的不同浓度下测量粘度:粘度<150mPa s:4.75重量%绝对干燥(atro);粘度为150至250mPa s:2.85重量%atro;粘度为250至34 000mPa s:1.9重量%atro;粘度为4000至20 000mPa s:1.0重量%atro。

7. 根据权利要求1至6中一项的用途,其特征在于所述纤维素醚具有0至15重量%、优选1至10重量%的含水量。

8. 根据权利要求1至7中一项的用途,其特征在于所述配混料以粉末形式存在,其中100%的颗粒小于1000 $\mu\text{m}$ ,优选100%的颗粒小于300 $\mu\text{m}$ ,使用空气喷射筛测量。

9. 根据权利要求1至8中一项的用途,其特征在于所述液体消泡剂是基于氧化烯、有机硅、醇、矿物油、脂肪酸、脂肪醇烷氧基化物和脂肪酸酯或其组合的化合物,优选是基于脂肪醇烷氧基化物和脂肪酸酯及其组合的化合物。

10. 根据权利要求1至9中一项的用途,其特征在于配混料另外包含至少一种非离子型、阴离子型或阳离子型聚丙烯酰胺(PAA),所述至少一种非离子型、阴离子型或阳离子型聚丙烯酰胺优选摩尔质量大于5百万且粒径小于1毫米。

11. 根据权利要求1至10中一项的用途,其特征在于所述至少一种液体消泡剂在配混料

中的存在比例为0.5至15重量%、优选0.7至10重量%、特别优选1.0至6重量%，在每种情况下基于干燥配混料的总重量。

12. 根据权利要求1至11中一项的用途，其特征在于所述配混料在干砂浆中的使用比例为0.02至1重量%、优选0.05至0.7重量%，在每种情况下基于干砂浆的总重量。

## 纤维素醚化合物用于增加水泥基砂浆的开放时间和改善水泥基砂浆的湿润性的用途

### 技术领域

[0001] 本发明涉及其中掺入了一种或多种液体消泡剂的水溶性纤维素醚的用途。

### 背景技术

[0002] 水泥基粘合剂、灰泥和抹灰(render)、刮涂填充剂或复合隔热系统尤其用于建筑工业中的连接或涂覆部件。这些系统是一种或多种粘合剂(例如水泥、熟石灰)、填料(例如具有各种粒度的砂)和其它添加剂如纤维素醚、空气成孔剂、分散粉末及淀粉和淀粉衍生物例如淀粉醚的混合物。它们在工厂生产,因此它们只需与水混合加工即可。这些建筑材料被称为工厂干砂浆。

[0003] 通过薄床方法应用基于水泥的瓷砖粘合剂是现有技术。这需要使用齿形刮刀在其上施加均匀的层厚度的粘合剂的平坦基底。铺设完整区域的瓷砖,并将其在以这种方式施加的粘合剂砂浆中对齐。为了能够非常合理和有效地工作,处理装置的目标是用瓷砖粘合剂制备非常大的区域,然后将瓷砖铺设在其中。为此目的,粘合剂必须具有足够长的开放时间(open time),以确保所有瓷砖都用粘合剂砂浆非常完全地润湿并在其整个区域上润湿。薄床粘合剂由水泥、砂、碎石和纤维素醚组成。其它添加剂同样可以存在,例如分散粉末、水泥促进剂、淀粉衍生物、无机增稠剂和纤维,以优化加工性能和固化砂浆性能。

[0004] 瓷砖粘合剂的开放时间根据ISO 13007或EN 1346通过在规定的铺设时间之后的粘合剂拉伸强度值来确定。同时,也经常进行所谓的润湿测试,其中吸收砖同样在规定的的时间之后铺设在砂浆床中,然后评估润湿的百分比。开放时间尤其取决于粘合剂的水含量。通常在砂浆表面上形成不希望的表皮会缩短开放时间,这阻止了瓷砖的令人满意的润湿,即使粘合剂在内部仍然是柔软的。高品质瓷砖粘合剂的开放时间至少为30分钟。

[0005] 为了提高能源效率,建筑物通常覆盖有所谓的复合隔热系统(CTIS)。为此目的,将由EPS、XPS、PU、矿棉等组成的隔热板粘接在墙壁上,并且还可以通过销钉固定。绝缘板的表面涂有基础抹灰,其中嵌入有加强网。同样重要的是,基础抹灰具有长加工开放时间,以便非常大的网格区域可以嵌入基础抹灰中并在一次操作中完全润湿。基础抹灰由水泥、砂、纤维素醚和分散粉末组成。此外,还可以存在淀粉和淀粉衍生物,如淀粉醚、纤维和其他添加剂。

[0006] EP 2 966 049 A1公开了一种用于水硬性组合物的增稠剂。它包含水溶性纤维素醚、消泡剂、生物聚合物和任选的减水剂。纤维素醚优选为甲基纤维、乙基纤维素、羟烷基纤维素、如羟乙基纤维素或羟丙基纤维素或烷基羟烷基纤维素、如甲基羟乙基纤维素或甲基羟丙基纤维素。作为消泡剂,可提及聚氧化烯、硅油和基于醇、脂肪酸或脂肪酸酯的试剂。生物聚合物用于稳定减水剂中的水溶性纤维素醚。优选黄原胶、定优胶(diutan gum)、韦兰胶(welan gum)和/或结冷胶。减水剂优选为聚羧酸衍生物,木质素衍生物或三聚氰胺衍生物,例如丙烯酸、甲基丙烯酸、巴豆酸、衣康酸或柠康酸与聚亚烷基二醇单(甲基)丙烯酸酯、苯乙烯的共聚物,三聚氰胺/磺酸/甲醛缩合物或木质素磺酸盐。

[0007] EP 1 884 503 B1涉及一种用于抹灰或砂浆的水硬性组合物,其含有水泥和/或石膏灰泥、具有发泡能力的阴离子型表面活性剂、具有减少发泡能力的非离子型表面活性剂和水溶性纤维素醚。用作消泡剂表面活性剂优选为聚醚表面活性剂、有机硅表面活性剂、醇表面活性剂、矿物油表面活性剂或植物油表面活性剂。

[0008] EP 2 363 428 A1公开了一种用于改变水泥基混合物的流变性质的组合物。它包含多糖衍生物,特别是纤维素醚、硅氧烷和不是硅氧烷的消泡剂。消泡剂优选是粉状的。磷酸三丁酯和硬脂酸的金属盐可提及作为粉状消泡剂。液体消泡剂如聚氧化烯二醇或油性烃应与固体载体材料如硅藻土、二氧化硅或硅酸钙结合。

[0009] EP 2 190 800 B1公开了季有机铵化合物在建筑组合物中减少风化的用途。铵化合物优选与纤维素醚混合。为此目的,将液体和/或溶解的季铵化合物喷雾到纤维素醚上并与其混合。

[0010] EP 1 426 349 A1公开了一种用于水泥基组合物的添加剂。它包括具有多个羧基的共聚物或其盐、水溶性纤维素醚和固体或液体消泡剂。该添加剂用于改善水泥基组合物的可加工性并减少在喷射混凝土的情况下的飞溅。另外,它可以防止组合物在安装后渗色。

[0011] 在建筑材料如混凝土或地板找平组合物(floor screed composition)中使用消泡剂(通常是粉状消泡剂)是现有技术。这里的目的是减少空气孔隙含量,从而获得更大的强度和更光滑的表面。矿物油(液体消泡剂)也用于干砂浆中,通常用于水泥基瓷砖粘合剂、灰浆和流平组合物中,以便在转移和与水混合期间显著减少粉尘形成。它们不用作消泡剂,也不会对干砂浆产生降低泡沫的作用。

[0012] 当消泡剂用于水泥基瓷砖粘合剂或CTIS抹灰时,砂浆中的泡沫形成随时间稳定地降低:不能获得稳定状态。在水泥瓷砖粘合剂的情况下,新鲜砂浆堆积密度为约1.5kg/l。当加入消泡剂时,新鲜砂浆堆积密度在2小时后增加至2.0kg/l。随着时间的推移,形成了更大的气泡。新鲜砂浆堆积密度越高,水泥瓷砖粘合剂越难加工。

[0013] 液体消泡剂通常用于水性涂料,如建筑涂料、光泽涂料、着色涂料、木材清漆、糊状抹灰、以及粘合剂、混凝土、纤维水泥板、农业、造纸工业、生物技术、食品工业和化学过程。不推荐液体消泡剂用于干砂浆,因此也不使用。

## 发明内容

[0014] 本发明的一个目的是开发一种消泡纤维素醚,其仅在有限的时间内具有消泡效果。含有这种消泡纤维素醚的砂浆应该能够在非常长的一段时间内容易地加工。

[0015] 令人惊讶地发现,液体消泡剂,特别是脂肪酸酯和脂肪醇烷氧基化物,具有暂时有限的消泡作用,并且具有良好的砂浆加工性。如EP 2 966 049中所述,作为附加成分的天然生物聚合物不是实现该效果所必需的。同样已发现这些液体消泡剂必须掺入纤维素醚中。纤维素醚和粉状消泡剂(或固体无机载体上的液体消泡剂)的混合物令人惊讶地不起作用。这同样适用于EP 2 190 800 B1中提到的季铵化合物。

[0016] 根据本发明的液体消泡剂与纤维素醚的配混料另外显著改善了水泥瓷砖粘合剂、抹灰和CTIS增强抹灰的润湿并且增加了水泥瓷砖粘合剂、抹灰和CTIS增强抹灰的开放时间。通过根据本发明的配混料,在各种类型的储存(根据ISO 13007或EN 1348的干燥、湿润、热、冷冻/解冻)之后,瓷砖粘合剂的粘合拉伸强度也得到显著改善。

[0017] 通过将纤维素醚与水混合直至其含水量为60-90%来制备液体消泡剂与纤维素醚的配混料。将液体消泡剂掺入或捏合到该润湿的纤维素醚中。然后将该捏塑体干燥并研磨或在一个过程中研磨干燥,这在纤维素醚的工业生产中是常规的。将液体消泡剂喷涂到干燥的纤维素醚上也是掺入消泡剂的可能方式。在本发明的上下文中,术语“液体”是指使用 Brookfield CAP 2000+, 转子01, 250rpm, 25°C (DIN EN ISO 321) 测量的粘度小于250mPa s、优选小于150mPa s的消泡剂。根据本发明的所得配混料以自由流动的粉末存在。

[0018] 纤维素醚可以是离子型纤维素醚,如羧甲基纤维(CMC)、羧甲基羟乙基纤维素(CMHEC)、羧甲基羟丙基纤维素(CMHPC)、磺乙基甲基羟乙基纤维素(SEMHEC)、磺乙基甲基羟丙基纤维素(SEMHPC),或非离子型纤维素醚,如羟乙基纤维素(HEC)、羟丙基纤维素(HPC)、甲基纤维(MC)、甲基羟丙基纤维素(MHPC)、甲基羟乙基纤维素(MHEC)、乙基羟乙基纤维素(EHEC)或甲基乙基羟乙基纤维素(MEHEC)。

[0019] 消泡剂是基于氧化烯、硅油、醇、矿物油、脂肪酸和脂肪酸酯的化合物,优选是基于脂肪酸酯的化合物。

[0020] 本发明的纤维素醚与消泡剂的配混料的优选应用领域是:基于水泥的瓷砖粘合剂,用于改善开放时间和润湿,复合隔热系统中的抹灰以及水泥抹灰(基础抹灰,装饰抹灰,单涂层抹灰),用于增加加工时间。

[0021] 纤维素醚的比例通常为约80至99.5重量%、优选约85至98重量%、特别优选约90至97重量%,在每种情况下基于干燥配混料的总重量。

[0022] 消泡剂的比例为约0.5至20重量%、优选约2至15重量%、特别优选约3至10重量%,在每种情况下基于干燥配混料的总重量。

[0023] 当纤维素醚中的至少2g可以溶解在1升冷水(20°C)中时,纤维素醚称为水溶性的。

[0024] 优选的纤维素醚是:

[0025] 甲基纤维素(MC),其具有1.4至2.2的 $DS_{\text{甲基}}$ 、特别是具有1.6至2.0的 $DS_{\text{甲基}}$ ;甲基羟丙基纤维素(MHPC),其具有1.2至2.2的 $DS_{\text{甲基}}$ 和0.1至1.0的 $MS_{\text{羟丙基}}$ 、特别是具有1.3至2.0的 $DS_{\text{甲基}}$ 和0.15至0.7的 $MS_{\text{羟丙基}}$ ;甲基羟乙基纤维素(MHEC),其具有1.2至2.2的 $DS_{\text{甲基}}$ 和0.05至0.4的 $MS_{\text{羟乙基}}$ 、特别是具有1.4至1.9的 $DS_{\text{甲基}}$ 和0.1至0.35的 $MS_{\text{羟乙基}}$ ;羟乙基纤维素(HEC),其具有1.2至4.0的 $MS_{\text{羟乙基}}$ 、特别优选地具有1.6至3.5的 $MS_{\text{羟乙基}}$ ;乙基羟乙基纤维素(EHEC),其具有0.5至1.5的 $DS_{\text{乙基}}$ 和1.5至3.5的 $MS_{\text{羟乙基}}$ ,和甲基乙基羟乙基纤维素(MEHEC),其具有0.2至2.0的 $DS_{\text{甲基}}$ 、0.05至1.5的 $DS_{\text{乙基}}$ 和0.2至3.5的 $MS_{\text{羟乙基}}$ ,羧甲基纤维素醚(CMC),其具有0.4至1.0的 $DS_{\text{羧甲基}}$ ,羧甲基羟乙基纤维素醚(CMHEC),其具有0.1至1.0的 $DS_{\text{羧甲基}}$ 和0.8至3.5的 $MS_{\text{羟乙基}}$ ,羧甲基羟丙基纤维素醚(CMHPC),其具有0.1至1.0的 $DS_{\text{羧甲基}}$ 和0.8至3.3的 $MS_{\text{羟丙基}}$ ,磺乙基甲基羟乙基纤维素醚(SEMHEC),其具有0.005至0.01的 $DS_{\text{磺乙基}}$ 、0.2至2.0的 $DS_{\text{甲基}}$ 和0.1至0.3的 $MS_{\text{羟乙基}}$ ,磺乙基甲基羟丙基纤维素醚(SEMHPC),其具有0.005至0.01的 $DS_{\text{磺乙基}}$ 、0.2至2.0的 $DS_{\text{甲基}}$ 和0.1至0.3的 $MS_{\text{羟丙基}}$ 。

[0026] 根据ISO 5351,根据纸浆-在亚乙基二胺铜(CED)溶液中的特性粘数的测定-来测量的纤维素醚的平均聚合度 $DP_w$ 为约10-5000。

[0027] 纤维素醚的粘度为1至20 000mPa s、优选100至15 000mPa s、特别优选1000至12 000mPa s。使用Brookfield RV, 20rpm, 在20°C和20°dH的水中测量。根据粘度,在纤维素醚的不同浓度下进行测量:粘度<150mPa s:4.75重量%绝对干燥(atro);粘度150至250mPa

s:2.85重量%atros;粘度250至34 000mPa s:1.9重量%atros;粘度4000至20 000mPa s:1.0重量%atros。

[0028] 消泡剂可以基于氧化烯、有机硅、醇、矿物油、脂肪酸、脂肪醇烷氧基化物和脂肪酸酯。优选脂肪醇烷氧基化物和脂肪酸酯消泡剂,特别是含有一定比例脂肪酸酯的那些,或这些成分的混合物。

[0029] 与EP 2 966 049 A1相反,本发明的纤维素醚/消泡剂的配混料不含任何天然生物聚合物。它们也不含任何如EP 2 190 800 B1中所公开的季铵化合物。

### 附图说明

[0030] 图1显示了如何测量润湿。

[0031] 图2显示了如何评估粘附和拉出(pullout),其中,以%报告断裂外观。

### 具体实施方式

[0032] 以下实施例用于说明本发明。百分比是重量百分比,除非另有说明或从上下文中显而易见,“atros”表示“绝对干燥”,“lutros”表示“空气干燥”。实施例中使用了以下组分:

[0033] 纤维素醚(CE):

[0034] CE1:MHEC,DS 1.7,MS 0.2,粘度(1.9%atros,20°C,20°dH,Brookfield RV 20rpm,转子6)13 000mPa s

[0035] 细粉(空气喷射筛,<0.125mm:95%,<0.063mm:50%)

[0036] CE2:MHEC,DS 1.7,MS 0.2,粘度(1.9%atros,20°C,20°dH,Brookfield RV 20rpm,转子6)25 000mPa s

[0037] 细粉(空气喷射筛,<0.125mm:95%,<0.063mm:50%)

[0038] CE3:MHEC,DS 1.7,MS 0.2,粘度(1.0%atros,20°C,20°dH,Brookfield RV 20rpm,转子5)10 000mPa s,

[0039] 超细粉(空气喷射筛,<0.100mm:95%,<0.063mm:75%)

[0040] CE4:MHEC,DS 1.6,MS 0.3,粘度(1.9%atros,20°C,20°dH,Brookfield RV 20rpm,转子6)25 000mPa s

[0041] 细粉(空气喷射筛,<0.125mm:95%,<0.063mm:50%)

[0042] CE5:MHPC,DS 1.7,MS 0.2,粘度(1.9%atros,20°C,20°dH,Brookfield RV 20rpm,转子6)25 000mPa s

[0043] 细粉(空气喷射筛,<0.125mm:95%,<0.063mm:50%)

[0044] 淀粉醚:

[0045] SE1:羟丙基淀粉(HPS),MS 0.4,粘度(5%lutros,20°C,水,约18°dH,Brookfield RV,100rpm,转子3)150-300mPa s

[0046] 改性:

[0047] 在根据本发明的配混料中使用的CE优选是改性的CE。改性剂通常是聚丙烯酰胺(PAA)。聚丙烯酰胺优选为摩尔质量大于1000万的阴离子型PAA。

[0048] 消泡剂:

[0049] E1:脂肪酸酯,20°C时的密度:900kg/m<sup>3</sup>±100kg/m<sup>3</sup>;dyn。25°C时的粘度:80mPa s±

30mPa s;酸值:35mg KOH/g±10mg KOH/g;液体

[0050] E2:无机载体上50重量%的E1;粉末

[0051] E3:脂肪醇烷氧基化物,20℃时的密度:950kg/m<sup>3</sup>±50kg/m<sup>3</sup>,25℃时的粘度:115mPa s±10mPa s;液体

[0052] 测试产品

[0053] 表1:测试产品的组成(重量份数)

[0054]

产品编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
CE 1										
CE 2	100	95	88	83	86					83
CE 3										
CE 4						88	83			

[0055]

CE 5								88	83	
PAA			12	12	12	12	12	12	12	12
E 1		5		5	2		5		5	
E 2										
E 3										5

[0056]

产品编号	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
CE 1	90	88.8			98.8	93.8				
CE 2										78
CE 3			97	95				87	92	
CE 4							78			
CE 5										
PAA	10	10	3	3	1.2	1.2	12	3	3	12
E 1		1.2		2		5			5	
E 2							10	10		10
E 3										

[0057] 推荐用于该应用的对比产品(商业产品)

[0058] 制造商:Dow Chemical Company



[0059] **®Methocel** 327:MHPC,改性, Brookfield粘度 (2%在水中, 在20℃和20rpm): 22 000mPa s, 细度<212μm:min 95%

[0060] **®Walocel** MKX 45000PF 20L:MHEC, 改性, Haake **®Rotovisko** RV 100粘度 (2%在水中, 在20℃, 剪切速率2.55 1/s): 45 000mPa s

[0061] **®Walocel** Xact 13-70-E:MHEC, 改性, Haake Rotovisko RV 100粘度 (2%在水中, 在20℃, 剪切速率2.55 1/s): 13 000mPa s

[0062] **®Walocel** Xact 12-01-E:MHEC, 未改性, Haake Rotovisko RV 100粘度 (2%在水中, 在20℃, 剪切速率2.55 1/s): 12 000mPa s

[0063] 制造商: Ashland

[0064] **®Culminal** MHPC 20000S:MHPC, 未改性, Brookfield RVT粘度 (绝对干燥, 2%在水中, 在20℃和20rpm): 15 000mPa s

[0065] **®Culminal** Plus 2060PF:MHEC, 改性, Brookfield RVT粘度 (绝对干燥, 2%在水中, 在20℃和20rpm): 20 000mPa s

[0066] 测试配方

[0067] 表2: 测试混合物的组成 (重量份数)

[0068]

测试混合物	TA 1	TA 2	TA 3	TA 4	TA 5	TA 6
水泥 CEM I 52.5 R	38	38	38	38	35	38
水泥 CEM I 42.5 R						
石灰石粉 0.1 mm	5	5	5	5	10	5
石灰石砂 0.1 – 0.7 mm						
硅砂 0.1 – 0.5 mm	57	57	57	57	55	57
Vinnapas 5028 E				5	5	1
CE	0.3	0.35	0.4	0.4	0.4	0.32
SE 1					0.06	0.064
水	25	25	25	30	30	26

[0069]

测试混合物	TA 7	TA 8	TA 9	CTIS 1	CTIS 2
水泥 CEM I 52.5 R		38	38		
水泥 CEM I 42.5 R	30			20	20
石灰石粉 0.1 mm	5	5	5	20	20
石灰石砂 0.1 – 0.7 mm				60	60
硅砂 0.1 - 0.5 mm	65	57	57		
Vinnapas 5028 E		5	1	1.5	1.5
CE	0.35	0.4	0.32	0.15	0.15
SE 1					0.03
水	30	27.5	26	21	23

[0070] 瓷砖粘合剂的测试方法

[0071] 根据ISO 13007和DIN EN 1346的开放时间。

[0072] 通过以下来测量润湿:每5分钟将炆质砖(stoneware tile) (5×5cm) 铺设到砂浆床(根据ISO 13007施加)中、使其负重2kg达30秒、然后从砂浆床中取出。瓷砖背面的润湿以%表示。图1显示了如何测量润湿。

[0073] CTIS的测试方法

[0074] 通过以下来测量润湿:将厚度为0.5cm的砂浆床施加到发泡聚苯乙烯(EPS)板上、且每5分钟将具有釉面的上釉的炆质砖(glazed stoneware tile) (5×5cm<sup>2</sup>) 铺设到砂浆床中、使其负重0.5kg达30秒、然后从砂浆床中取出。瓷砖背面的润湿以%表示。

[0075] 通过以下来测量粘附:将厚度为0.5cm的砂浆床施加到EPS板上,并且30分钟后每10分钟将具有釉面的上釉的炆质砖(5×5cm<sup>2</sup>) 铺设到砂浆床中,使其负重0.5kg达30秒。7天后,测定粘合剂拉伸强度。报道了以N/mm<sup>2</sup>为单位的粘合剂拉伸强度和以%报告的断裂外观。图2显示了如何评估粘附和拉出。

[0076] 表3:具有未改性的CE 2的瓷砖粘合剂(产品编号1和2)和商业产品的润湿的结果 [%]

[0077]

实验编号	1	2	3	4
产品编号	1	<b>Culminal MHPC 20000 S</b>	<b>Walocel Xact 12-01-E</b>	2
测试混合物	<b>TA 1</b>	<b>TA 1</b>	<b>TA 1</b>	<b>TA 1</b>
润湿 5 分钟	<b>80%</b>	<b>95 %</b>	<b>100%</b>	<b>100%</b>
润湿 10 分钟	<b>45 %</b>	<b>40%</b>	<b>80%</b>	<b>100%</b>
润湿 15 分钟	<b>35 %</b>	<b>25 %</b>	<b>40%</b>	<b>55 %</b>

[0078]

实验编号	5	6	7	8
产品编号	1	2	1	2
测试混合物	<b>TA 2</b>	<b>TA 2</b>	<b>TA 3</b>	<b>TA 3</b>

[0079]

润湿 5 分钟	<b>75 %</b>	<b>95 %</b>	<b>80%</b>	<b>100%</b>
润湿 10 分钟	<b>40%</b>	<b>90%</b>	<b>40%</b>	<b>95 %</b>
润湿 15 分钟	<b>35 %</b>	<b>55 %</b>	<b>40%</b>	<b>55 %</b>

[0080] 对比产品编号1在5分钟后显示出约80%的润湿,在10分钟后显示约40% (实验编号1、5和7)。

[0081] 竞争产品®**Culminal** MHPC 20000S在5分钟后显示95%的润湿,10分钟后显示约40% (实验编号2),且®**Walocel** Xact 12-01-E在5分钟后显示100%的润湿,10分钟后显示80% (实验编号3)。

[0082] 令人惊讶的是,本发明的产品编号2显示出显著更大的润湿。其在5分钟后显示几乎100%的润湿,10分钟后显示约95% (实验编号4、6和8)。

[0083] 表4:具有改性CE 2的瓷砖粘合剂(产品编号3、4、5、10和20)和商业产品的润湿的结果[%]

[0084]

实验编号	9	10	11
产品编号	3	Methocel 327	Walocel Xact 13-70-E
测试混合物	TA 4	TA 8	TA 4
润湿 10 分钟	90%	90%	100%
润湿 15 分钟	85 %	65 %	95 %
润湿 20 分钟	60%	35 %	75 %

[0085]

实验编号	12	13	14	15
产品编号	4	5	10	20
测试混合物	TA 4	TA 4	TA 4	TA 4
润湿 10 分钟	95 %	100%	95 %	90%
润湿 15 分钟	90%	100%	90%	70%
润湿 20 分钟	85 %	90%	85 %	40%

[0086] 产品编号3在15分钟后显示出85%的润湿,20分钟后显示60% (实验编号9)。

[0087] 对比产品编号20在15分钟后显示出70%的润湿,在20分钟后显示40% (实验编号15)。

[0088] 商业产品®**Methocel** 327在15分钟后显示65%的润湿,20分钟后显示35% (实验编号10),且®**Walocel** Xact 13-70-E在15分钟后显示95%的润湿,20分钟后显示75% (实验编号11)。

[0089] 令人惊讶的是,本发明的产品编号4、5和10显示更大的润湿。

[0090] 产品编号4在15分钟后显示90%的润湿,20分钟后显示85% (实验编号12);产品编号5在15分钟后显示100%的润湿,20分钟后显示90% (实验编号13),且产品编号10在15分钟后显示90%的润湿,20分钟后显示85% (实验编号14)。

[0091] 表5:具有改性的CE 1的瓷砖粘合剂(产品编号3、4、5、9和16)的润湿的结果[%]

[0092]

实验编号	16	17
产品编号	11	12
测试混合物	TA 5	TA 5
润湿10分钟	90%	90%
润湿15分钟	80%	90%
润湿20分钟	70%	80%
润湿25分钟	60%	80%
润湿30分钟	50%	70%

[0093] 产品编号11在25分钟后显示60%的润湿,在30分钟后显示50% (实验编号16)。

[0094] 令人惊讶的是,本发明的产品编号12显示显著更大的润湿。其在25分钟后显示80%的润湿,在30分钟后显示70% (实验编号17)。

[0095] 表6:具有改性CE 3的瓷砖粘合剂(产品编号3、4、5、9和16)和商业产品的润湿的结果[%]

[0096]

实验编号	18	19	20	21	22
产品编号	13	<b>Culminal Plus</b> <b>2060 PF</b>	<b>Walocel MKX</b> <b>45000 PF 20 L</b>	14	18
测试混合物	TA 6	TA 9	TA 9	TA 6	TA 6
润湿 10 分钟	80%	100%	85 %	100%	80%
润湿 15 分钟	70%	95 %	75 %	100%	70%
润湿 20 分钟	30%	75 %	65 %	90%	40%
润湿 25 分钟	10%	70%	35 %	85 %	30%

[0097] 对比产品编号13在15分钟后显示70%的润湿,20分钟后显示30% (实验编号18)。

[0098] 对比产品编号18在15分钟后显示70%的润湿,20分钟后显示40% (实验编号22),与对比产品编号13相比具有基本上相同的结果。

[0099] 商业产品®**Culminal Plus** 2060PF在15分钟后显示95%的润湿,20分钟后显示75% (实验编号19),且®**Walocel MKX** 45000PF 20L在15分钟后显示75%的润湿,20分钟后显示65% (实验编号20)。

[0100] 令人惊讶的是,本发明的产品编号14显示显著更大的润湿。其在15分钟后显示100%的润湿,20分钟后显示90% (实验编号21)。

[0101] 表7:具有产品编号6-9的瓷砖粘合剂的润湿的结果[%]

[0102]

实验编号	23	24	25	26
产品编号	6	7	8	9
测试混合物	TA 4	TA 4	TA 4	TA 4
润湿10分钟	95%	100%	100%	100%
润湿15分钟	90%	95%	90%	100%
润湿20分钟	70%	85%	75%	90%

[0103] 对比产品编号6在15分钟后显示90%的润湿,20分钟后显示70% (实验编号23)。

[0104] 令人惊讶的是,本发明的产品编号7显示显著更大的润湿。其在15分钟后显示95%的润湿,20分钟后显示85% (实验编号24)。

[0105] 对比产品编号8在15分钟后显示90%的润湿,20分钟后显示75% (实验编号25)。

[0106] 令人惊讶的是,本发明的产品编号9显示显著更大的润湿。其在15分钟后显示100%的润湿,20分钟后显示90% (实验编号26)。

[0107] 表8:具有改性CE 2的瓷砖粘合剂(产品编号3、4、10和20)的根据EN 1346的开放时间的结果[N/mm<sup>2</sup>]

[0108]

实验编号	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
产品编号	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>10</b>	<b>20</b>
消泡剂		<b>5 % E1</b>	<b>5 % E3</b>	<b>10% E2</b>
测试混合物	<b>TA 4</b>	<b>TA 4</b>	<b>TA 4</b>	<b>TA 4</b>
20 分钟后的粘合剂拉伸强度	<b>1.38</b> N/mm <sup>2</sup>	<b>1.69</b> N/mm <sup>2</sup>	<b>1.92</b> N/mm <sup>2</sup>	<b>1.11</b> N/mm <sup>2</sup>
30 分钟后的粘合剂拉伸强度	<b>0.87</b> N/mm <sup>2</sup>	<b>1.34</b> N/mm <sup>2</sup>	<b>1.29</b> N/mm <sup>2</sup>	<b>0.70</b> N/mm <sup>2</sup>

[0109] 对比产品编号3在20分钟后显示1.38N/mm<sup>2</sup>的粘合剂拉伸强度,在30分钟后显示0.87N/mm<sup>2</sup>(实验编号27)。

[0110] 对比产品编号20在20分钟后显示1.11N/mm<sup>2</sup>的粘合剂拉伸强度,在30分钟后显示0.70N/mm<sup>2</sup>(实验编号30)。

[0111] 令人惊讶的是,本发明的产品编号4和10显示更大的粘合剂拉伸强度。

[0112] 产品编号4在20分钟后具有1.69N/mm<sup>2</sup>,在30分钟后具有1.38N/mm<sup>2</sup>(实验编号28)。

[0113] 产品编号10在20分钟后具有1.92N/mm<sup>2</sup>,在30分钟后具有1.29N/mm<sup>2</sup>(实验编号29)。

[0114] 本发明的产品编号4和10显示20-80%的更大的粘合剂拉伸强度。

[0115] 表9:具有改性CE 3的瓷砖粘合剂(产品编号13、19和20)的根据EN 1346的开放时间的结果[N/mm<sup>2</sup>]

[0116]

实验编号	31	32	33
产品编号	13	19	20
测试混合物	TA 6	TA 6	TA 9
20分钟后的粘合剂拉伸强度	0.59N/mm <sup>2</sup>	0.66N/mm <sup>2</sup>	0.46N/mm <sup>2</sup>
30分钟后的粘合剂拉伸强度	0.17N/mm <sup>2</sup>	0.51N/mm <sup>2</sup>	0.23N/mm <sup>2</sup>

[0117] 实验编号31和33显示开放时间与对比产品编号13和20相当,且在30分钟后达到类似的粘合剂拉伸强度,即分别为0.17N/mm<sup>2</sup>和0.23N/mm<sup>2</sup>。

[0118] 令人惊讶地发现,本发明的产品编号19(实验编号32)显示显著更大的粘合剂拉伸强度,即在30分钟后0.51N/mm<sup>2</sup>,其对比产品高2至3倍。

[0119] 表10:具有改性的CE 1的CTIS抹灰(产品编号15和16)的润湿的结果[%]

[0120]

实验编号	34	35
产品编号	15	16
测试混合物	CTIS1	CTIS1

润湿15分钟	100%	100%
润湿20分钟	70%	85%
润湿25分钟	10%	30%
润湿30分钟	0%	20%

[0121] 对比产品编号15在25分钟后显示10%的润湿,在30分钟后显示0% (实验编号34)。

[0122] 令人惊讶的是,本发明的产品编号16显示显著更大的润湿。其在25分钟后显示30%的润湿,在30分钟后显示20% (实验编号35)。

[0123] 表11:具有改性CE 3的CTIS抹灰(产品编号13和19)的润湿的结果[%]

[0124]

实验编号	36	37
产品编号	13	19
测试混合物	CTIS2	CTIS2
润湿20分钟	100%	100%
润湿25分钟	90%	100%
润湿30分钟	50%	100%

[0125] 对比产品编号13在25分钟后显示90%的润湿,在30分钟后显示50% (实验编号36)。

[0126] 令人惊讶的是,本发明的产品编号19显示显著更大的润湿。其在25分钟后显示100%的润湿,在30分钟后同样为100% (实验编号37)。

[0127] 表12:具有改性CE 3的CTIS抹灰(产品编号13和19)的粘合剂拉伸强度的结果[N/mm<sup>2</sup>]

[0128]

实验编号	<b>38</b>	<b>39</b>
纤维素醚	<b>13</b>	<b>19</b>
测试混合物	<b>CTIS2</b>	<b>CTIS2</b>
30 分钟后	<b>0.12 N/mm<sup>2</sup> 100% EPS 拉出</b>	<b>0.09 N/mm<sup>2</sup> 100% EPS 拉出</b>
40 分钟后	<b>0.06 N/mm<sup>2</sup> 0% EPS 拉出</b>	<b>0.11 N/mm<sup>2</sup> 100% EPS 拉出</b>
50 分钟后	<b>0 N/mm<sup>2</sup> 0% EPS 拉出</b>	<b>0.09 N/mm<sup>2</sup> 100% EPS 拉出</b>

[0129] 对比产品编号13在40分钟后显示0.06N/mm<sup>2</sup>的粘合剂拉伸强度和0%的EPS拉出,且在50分钟后无粘合剂拉伸强度和0%的EPS拉出 (实验编号38)。

[0130] 本发明的产品编号19在40分钟后显示0.11N/mm<sup>2</sup>的粘合剂拉伸强度和100%EPS拉出,且在50分钟后显示0.09N/mm<sup>2</sup>的粘合剂拉伸强度和100%EPS拉出 (实验编号39)。它可以在显著更长的时间内加工。

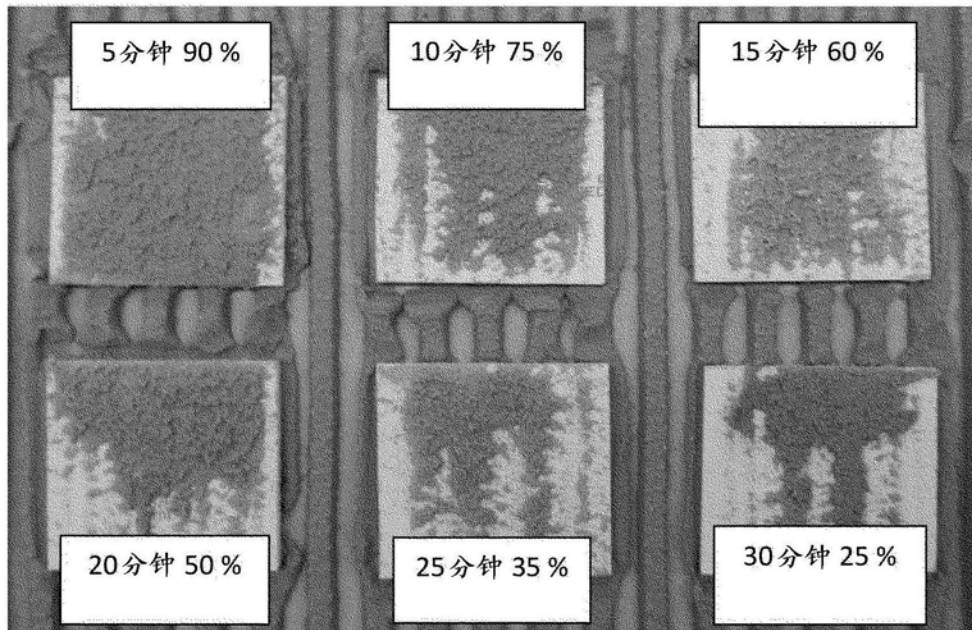


图1

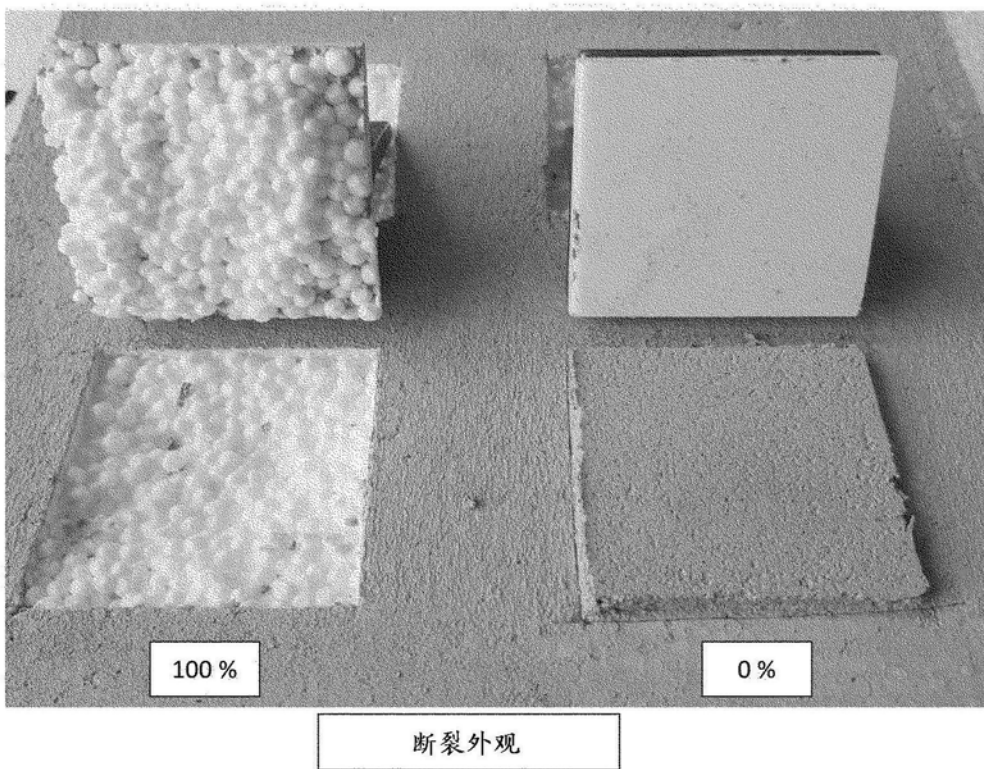


图2