

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2016-505496

(P2016-505496A)

(43) 公表日 平成28年2月25日(2016.2.25)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C O 4 B 24/16 (2006.01)	C O 4 B 24/16	4 G 1 1 2
C O 4 B 28/02 (2006.01)	C O 4 B 28/02	4 J 0 0 2
C O 4 B 22/06 (2006.01)	C O 4 B 22/06 Z	
C O 4 B 24/04 (2006.01)	C O 4 B 24/04	
C O 4 B 24/26 (2006.01)	C O 4 B 24/26 A	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 24 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2015-547483 (P2015-547483)	(71) 出願人	502141050 ダウ グローバル テクノロジーズ エル エルシー アメリカ合衆国 ミシガン州 48674 、ミッドランド、ダウ センター 204 0
(86) (22) 出願日	平成25年12月11日 (2013.12.11)	(74) 代理人	110000589 特許業務法人センダ国際特許事務所
(85) 翻訳文提出日	平成27年6月5日 (2015.6.5)	(72) 発明者	レネ・キーゼヴェッター ドイツ連邦共和国 ヴィーツェンドルフ 29649 ハイテントウン 5
(86) 国際出願番号	PCT/US2013/074253	(72) 発明者	ハルトムート・キューン ドイツ連邦共和国 ハレ 06116 ラ ウフケーファーヴェック 7
(87) 国際公開番号	W02014/093420		
(87) 国際公開日	平成26年6月19日 (2014.6.19)		
(31) 優先権主張番号	61/737, 302		
(32) 優先日	平成24年12月14日 (2012.12.14)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 水硬化性混合物用の添加剤

(57) 【要約】

本発明は、乾燥モルタル配合物の調製において使用するための再分散性ポリマー粉末 (RDP) 組成物に関し、具体的には、セメントベースのタイル接着剤 (CBTA)、接着剤、ETICSベースコート、もしくは接着剤配合物、および/またはグラウトに関する。本発明は、該RDP組成物を含む乾燥モルタル配合物にさらに関する。さらに、本発明は、硬化後、乾燥モルタル配合物の接着、曲げ、および/または圧縮強度を増加させるための、かかるRDP組成物の使用を対象とする。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

水硬化性混合物中の改質添加剤として使用するための水硬性結合剤を含まない組成物であって、前記組成物が、

- a . 1 つ以上の水再分散性ポリマー粉末 (R D P) と、
- b . 式 I に従う 1 つ以上の界面活性剤と、を含み、



式中、M が、水素、金属、またはアンモニウムカチオンを表し、R¹ が、1 つ以上のヒドロキシル、ハロゲン、ニトロ、および / またはシアノ基で任意に置換される直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1 - 10} アルキレン部分を表し、各 R² が、独立して、直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1 - 22} アルキルラジカル、または水素、金属、もしくはアンモニウムカチオンを表し、n が、1 ~ 10 の整数を表し、

前記 R D P と前記界面活性剤 (複数可) との重量比が 3 : 2 ~ 9999 : 1 である、水硬性結合剤を含まない組成物。

【請求項 2】

前記 R D P が、非分岐状もしくは分岐状の C_{1 - 15} アルキルカルボン酸のビニルエステル、C_{1 - 15} アルコールの (メタ) アクリル酸エステル、ビニル芳香族、オレフィン、ジエン、およびビニルハロゲニドの群から選択される 1 つ以上のモノマーのホモポリマー、コポリマー、ならびに / またはターポリマーから選択される 1 つ以上の化合物を含む、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】

石灰、空気連行剤、癒着剤、超可塑剤、レオロジー改質剤、およびこれらの混合物から選択される 1 つ以上の安定剤をさらに含む、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 4】

前記界面活性剤が、ジオクチルスルホコハク酸塩、ジヘキシルスルホコハク酸塩、またはこれらの組み合わせである、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 5】

水硬化性混合物中の改質添加剤として使用するための水硬性結合剤を含まない組成物を生成するための方法であって、前記方法が、

- a . 1 つ以上の R D P を提供することと、
- b . 式 I に従う 1 つ以上の界面活性剤を含む組成物を提供することであって、



式中、M が、水素、金属、またはアンモニウムカチオンを表し、R¹ が、1 つ以上のヒドロキシル、ハロゲン、ニトロ、および / またはシアノ基で任意に置換される直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1 - 10} アルキレン部分を表し、各 R² が、独立して、直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1 - 22} アルキルラジカル、または水素、金属、もしくはアンモニウムカチオンを表し、n が、1 ~ 10 の整数を表す、提供することと、

c . 前記 R D P と前記界面活性剤 (複数可) との重量比が 3 : 2 ~ 9999 : 1 になるように、ある量のステップ a) の前記 R D P をある量のステップ b) の前記組成物と合わせることに、を含む、方法。

【請求項 6】

水硬化性混合物中の改質添加剤として使用するための R D P を生成するための方法であって、前記方法が、エマルションポリマーの分散液を含む水性組成物を乾燥させることを含み、前記水性組成物が、式 I に従う 1 つ以上の界面活性剤であって、



式中、M が、水素、金属、またはアンモニウムカチオンを表し、R¹ が、1 つ以上のヒドロキシル、ハロゲン、ニトロ、および / またはシアノ基で任意に置換される直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1 - 10} アルキレン部分を表し、各 R² が、独立して、直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1 - 22} アルキルラジカル、または水素

10

20

30

40

50

、金属、もしくはアンモニウムカチオンを表し、 n が、1～10の整数を表す、1つ以上の界面活性剤を、

前記エマルションポリマーと前記界面活性剤（複数可）との重量比が3：2～9999：1になるような量でさらに含む、方法。

【請求項7】

水と合わせられて水硬化性混合物を形成することができる改質乾燥モルタル配合物であって、前記改質乾燥モルタルが、

a．水硬性結合剤を含む標準乾燥モルタル配合物と、

b．前記改質水硬性モルタル配合物の総乾燥重量に基づいて、0.3～50%の請求項1に記載の組成物と、を含み、

前記改質乾燥モルタル配合物が、前記改質乾燥モルタル配合物の総乾燥重量に基づいて、1%以下の式1に従う界面活性剤を含み、



式中、 M が、水素、金属、またはアンモニウムカチオンを表し、 R^1 が、1つ以上のヒドロキシル、ハロゲン、ニトロ、および/またはシアノ基で任意に置換される直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1-10} アルキレン部分を表し、各 R^2 が、独立して、直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1-22} アルキルラジカル、または水素、金属、もしくはアンモニウムカチオンを表し、 n が、1～10の整数を表す、改質乾燥モルタル配合物。

【請求項8】

外断熱仕上げシステム（EIFS）および/または外断熱複合システム（ETICS）のためのグラウト、セメントベースのタイル接着剤（CBTA）、またはセメント系接着剤もしくはコーティング配合物である、請求項7に記載の配合物。

【請求項9】

1つ以上の水溶性多糖由来保水剤、好ましくは水溶性セルロースエーテルをさらに含む、請求項7に記載の配合物。

【請求項10】

請求項7に記載の乾燥モルタル配合物および水を含む、水硬化性混合物。

【請求項11】

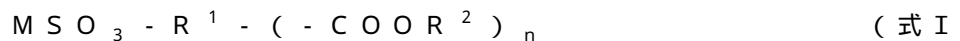
乾燥モルタル配合物を改質する方法であって、前記方法が、

a．水硬性結合剤を含む標準乾燥モルタル配合物を提供することと、

b．請求項1に記載の組成物を提供することと、

c．ステップb)の前記組成物をステップa)の前記配合物と合わせて、前記改質水硬性モルタル配合物の総乾燥重量に基づいて、0.3～50%の請求項1に記載の前記組成物を含む改質乾燥モルタル配合物を提供することと、を含むが、

但し、結果として生じる改質乾燥モルタル配合物が、前記改質乾燥モルタル配合物の前記総乾燥重量に基づいて、1%以下の式1に従う界面活性剤を含み、



)

式中、 M が、水素、金属、またはアンモニウムカチオンを表し、 R^1 が、1つ以上のヒドロキシル、ハロゲン、ニトロ、および/またはシアノ基で任意に置換される直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1-10} アルキレン部分を表し、各 R^2 が、独立して、直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1-22} アルキルラジカル、または水素、金属、もしくはアンモニウムカチオンを表し、 n が、1～10の整数を表すことを条件とする、方法。

【請求項12】

水硬性結合剤を含有する乾燥モルタル配合物またはかかる乾燥モルタル配合物を含む水硬化性混合物のための改質添加剤としての、請求項1に記載の前記組成物の使用。

【請求項13】

硬化後、水硬性結合剤を含む乾燥モルタル配合物の接着、曲げ、および/または圧縮強

10

20

30

40

50

度を増加させるための、請求項 1 に記載の組成物の使用。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

本発明は、改善された機械的特性を有する水硬化性混合物に関する。具体的には、本発明は、水硬化性混合物中に組み込まれると、接着、曲げ、および/または圧縮強度の増加を提供する組成物に関する。かかる組成物を生成するためのプロセス、水硬性結合剤およびかかる組成物を含む乾燥モルタル配合物、かかる乾燥モルタル配合物および水を含む水硬化性混合物、ならびに従来の水硬性結合剤を含有する乾燥モルタル配合物を改質する方法も提供される。さらに、硬化後、水硬性結合剤を含む乾燥モルタル配合物の接着、曲げ、および/または圧縮強度を増加させるための、かかる組成物の使用も提供される。

10

【0002】

水硬化性混合物は建設業界において広く使用されている。例えば、硬化プロセスが完了すると2つの表面を合わせて強度に保持する接着剤組成物、具体的にはタイル接着剤組成物として、それらを使用することができる。かかる水硬化性混合物の他の適用例としては、コンクリート（水と合わせられると固化および硬化する、セメント、砂、および石を含む混合物）、外断熱仕上げシステム（EIFS）および/または外断熱複合システム（ETICS）のためのセメント系接着剤もしくは強化コート、グラウト、ならびに自己平滑性下層（SLU）が挙げられる。

【0003】

水硬化性混合物は、一般に、乾燥時に硬化し、かつ固まる前に、水硬性モルタル、即ち、モルタルの総乾燥重量に基づいて、0.5重量パーセント以上の水硬性結合剤を典型的に含む乾燥混合物を、結果として生じるセメント組成物を表面に塗布することを可能にするのに十分な量の水と合わせることによって、使用時に調製される。

20

【0004】

従来の水硬性組成物は、多くの場合、水硬性結合剤、例えばセメントと、改善された物理的特徴を有する改質水硬性組成物を提供する、例えば砂、石灰、分散剤、増粘剤、および可塑剤などの1つ以上の添加剤との組み合わせを含む。具体的には、珪砂などの細骨材材料の使用が周知である。さらに、ラテックスもしくは再分散性ポリマー粉末（RDP）の形態であり得る保水剤および/またはポリマー結合剤を使用して、初期水和プロセスと、組成物が乾燥時に硬化し、かつ固まるときのその後の水の除去との両方に大きく依存する、水硬性組成物および/または結果として生じる硬化生成物の物理的特徴に有益な効果を付与することができる。例えば、かかる添加剤の組み込みは、開放時間、硬化速度、および乾燥時間を改質し得る。

30

【0005】

RDPは、液体ラテックス結合剤の性能を、一成分系の利便性、信頼性、および貯蔵の利点と組み合わせるため、RDPの使用は、ラテックス結合剤の使用よりも有利である。水硬性組成物中での使用に好適な従来のRDPとしては、米国特許第A-20070037925号（これは水硬性組成物中の促進添加剤としての使用に好適なRDPを提供する）、および米国特許第A-20070129486号（これは断熱複合システムにおける使用のためのスチレンブタジエンコポリマーを含むRDPを提供する）に開示されるものが挙げられる。さらに、米国特許第5,959,017号は、水性ポリマー分散液を、粉状担体材料粉末と合わせられた液体改質剤、例えば、ノニルフェノールポリギコールエーテル（Arkopal（商標）N 060）と合わせる（ブレンドする）ことによって生成されるRDPを提供する。

40

【0006】

従来の水硬化性組成物は、遅延剤の組み込みによって長い開放時間を達成することができる。しかしながら、かかる遅延剤の使用はまた、水硬化動態の著しい遅延を引き起こす。硬化に対するかかる影響は、建設工程の遅延の結果として経済的障害をもたらす。さらに、かかる従来の組成物に関連する他の不利益としては、水硬化性組成物の硬化後の低い

50

接着強度が挙げられる。したがって、水硬化性組成物の接着強度を増加させる要望が依然として残る。

【0007】

驚くべきことに、特定の界面活性剤が、少量で標準乾燥モルタル配合物に添加されると、乾燥モルタル配合物の硬化後に接着、曲げ、および/または圧縮強度の増加をもたらすことが発見された。さらに、かかる少量のこの界面活性剤は、結果として生じる混合物の標準乾燥モルタル配合物との組み合わせに先立って、従来の水再分散性ポリマー粉末（RDP）との組み合わせを介して、従来の乾燥モルタル配合物中に効果的に組み込まれ得ることが示された。

【発明の概要】

10

【0008】

その種々の態様における本発明は、添付の特許請求の範囲に提示される通りである。

【0009】

第1の態様に従って、本発明は、水硬化性混合物中の改質添加剤として使用するための水硬性結合剤を含まない組成物を提供し、該組成物は、1つ以上の水再分散性ポリマー粉末（RDP）と、式Iに従う1つ以上の界面活性剤と、を含み、



式中、Mが、水素、金属、またはアンモニウムカチオンを表し、 R^1 が、1つ以上のヒドロキシル、ハロゲン、ニトロ、および/またはシアノ基で任意に置換される直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1-10} アルキレン部分を表し、各 R^2 が、独立して、直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1-22} アルキルラジカル、または水素、金属、もしくはアンモニウムカチオンを表し、 n が、1~10の整数を表し、RDPと該界面活性剤（複数可）との重量比が3:2~9999:1である。

20

【0010】

2. 該RDPが、非分岐状もしくは分岐状の C_{1-15} アルキルカルボン酸のビニルエステル、 C_{1-15} アルコールの（メタ）アクリル酸エステル、ビニル芳香族、オレフィン、ジエン、ならびにビニルハロゲニドの群から選択される1つ以上のモノマーのホモポリマー、コポリマー、および/またはターポリマーから選択される1つ以上の化合物を含む、本発明の第1の態様に記載の組成物。

【0011】

30

3. 石灰、空気連行剤、癒着剤、超可塑剤、レオロジー改質剤、およびこれらの混合物から選択される1つ以上の安定剤をさらに含む、上記の本発明の第1の態様または請求項2のいずれかに記載の組成物。

【0012】

4. 該界面活性剤が、ジオクチルスルホコハク酸塩、ジヘキシルスルホコハク酸塩、またはこれらの組み合わせである、上記の第1の態様または請求項1~3のいずれかに記載の組成物。

【0013】

第2の態様に従って、本発明は、本発明の第1の態様の組成物を生成するためのプロセスを提供し、該プロセスは、a) 1つ以上のRDPを提供することと、b) 式Iに従う1つ以上の界面活性剤を含む組成物を提供することとであって、

40



式中、Mが、水素、金属、またはアンモニウムカチオンを表し、 R^1 が、1つ以上のヒドロキシル、ハロゲン、ニトロ、および/またはシアノ基で任意に置換される直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1-10} アルキレン部分を表し、各 R^2 が、独立して、直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1-22} アルキルラジカル、または水素、金属、もしくはアンモニウムカチオンを表し、 n が、1~10の整数を表す、提供することと、c) 該RDPと該界面活性剤との重量比が3:2~9999:1になるように、ある量のステップa)の該組成物とある量のステップb)の該組成物とを合わせることを含む。

50

【 0 0 1 4 】

第3の態様に従って、本発明は、水硬化性混合物中の改質添加剤として使用するためのRDPを生成するためのプロセスを提供し、該プロセスは、エマルションポリマーの分散液を含む水性組成物を乾燥させることを含み、該水性組成物は、上記に定義した式Iに従う1つ以上の界面活性剤を、エマルションポリマーと該界面活性剤との重量比が3：2～9999：1になるような量でさらに含む。

【 0 0 1 5 】

第4の態様に従って、本発明は、水と合わせられて水硬化性混合物を形成することができる改質乾燥モルタル配合物を提供し、該改質乾燥モルタルは、a)水硬性結合剤を含む標準乾燥モルタル配合物と、b)改質乾燥モルタル配合物の総乾燥重量に基づいて、0.3～50%の本発明の第1の態様に従う水硬性結合剤を含まない組成物と、を含み、該改質乾燥モルタル配合物は、改質乾燥モルタル配合物の総乾燥重量に基づいて、1%以下の上記に定義した式(I)に従う界面活性剤を含む。

10

【 0 0 1 6 】

8.外断熱仕上げシステム(EIFS)および/または外断熱複合システム(ETICS)のためのグラウト、セメントベースのタイル接着剤(CBTA)、またはセメント系接着剤もしくはコーティング配合物である、本発明の第4の態様に記載の配合物。

【 0 0 1 7 】

9.1つ以上の水溶性多糖由来保水剤、好ましくは水溶性セルロースエーテルをさらに含む、上記の本発明の第4の態様または請求項8のいずれかに記載の配合物。

20

【 0 0 1 8 】

10.上記の第4の態様または請求項9のいずれかに記載の乾燥モルタル配合物および水を含む、水硬化性混合物。

【 0 0 1 9 】

第5の態様に従って、本発明は、本発明の第3の態様に記載の該乾燥モルタル配合物および水を含む、水硬化性混合物を提供する。

【 0 0 2 0 】

第6の態様に従って、本発明は、乾燥モルタル配合物を改質するための方法を提供し、該方法は、a)水硬性結合剤を含む標準乾燥モルタル配合物を提供することと、b)本発明の第1の態様に従う組成物を提供することと、c)ステップb)の該組成物をステップa)の該配合物と合わせて、該改質水硬性モルタル配合物の総乾燥重量に基づいて、0.3～50%の本発明の第1の態様に従う組成物を含む改質乾燥モルタルを提供することと、を含むが、但し、結果として生じる改質乾燥モルタル配合物が、該改質乾燥モルタル配合物の総乾燥重量に基づいて、1%以下の上記に定義した式1に従う界面活性剤を含むことを条件とする。

30

【 0 0 2 1 】

第7の態様に従って、本発明は、水硬性結合剤を含有する乾燥モルタル配合物またはかかる乾燥モルタル配合物を含む水硬化性混合物のための改質添加剤としての、本発明の第1の態様の該組成物の使用を提供する。

【 0 0 2 2 】

第8の態様に従って、本発明は、硬化後、水硬性結合剤を含む乾燥モルタル配合物の接着、曲げ、および/または圧縮強度を増加させるための、本発明の第1の態様の該組成物の使用を提供する。

40

【 0 0 2 3 】

12.水硬性結合剤を含有する乾燥モルタル配合物またはかかる乾燥モルタル配合物を含む水硬化性混合物のための改質添加剤としての、上記の本発明の第1の態様または請求項2～4のいずれかに記載の該組成物の使用。

【 0 0 2 4 】

13.硬化後、水硬性結合剤を含む乾燥モルタル配合物の接着、曲げ、および/または圧縮強度を増加させるための、上記の本発明の第1の態様または請求項2～4のいずれか

50

に記載の該組成物の使用。

【0025】

本発明に従って調製された水硬化性混合物は、乾燥モルタル配合物の硬化後に接着、曲げ、および/または圧縮強度の増加を示す。

【発明を実施するための形態】

【0026】

本明細書全体にわたり、「パーセント」または「パーセント重量」へのいかなる言及も、別段の記載がない限り、組成物、配合物、または混合物の乾燥重量の観点から表されている。

【0027】

「EN」は欧州規格を表し、試験法番号への接頭語として試験法を指定する。試験法は、本出願の優先日時点で最新の試験法である。

【0028】

本明細書において使用される場合、用語「水硬化性混合物」は、水硬性結合剤、充填剤（複数可）、保水剤（複数可）、ならびに、任意に、ポリマー分散液および/または再分散性ポリマー粉末などのポリマーを含有する添加剤を含む、建設分野で使用される組成物を意味する。

【0029】

本明細書において使用される場合、用語「水溶性」は、20 の水中で水溶性である任意の化合物に言及する。

【0030】

本明細書において使用される場合、用語「水硬性結合剤」は、適量の水を添加すると、空気中ならびに水中で水和物を硬化することができる結合性ペーストまたは泥状物を形成し、顆粒を合わせて結合する、通常は微粉碎された材料の鉱物組成物を意味する。

【0031】

本発明の水硬性結合剤を含まない組成物は、式Iに従う1つ以上の界面活性剤を含み、

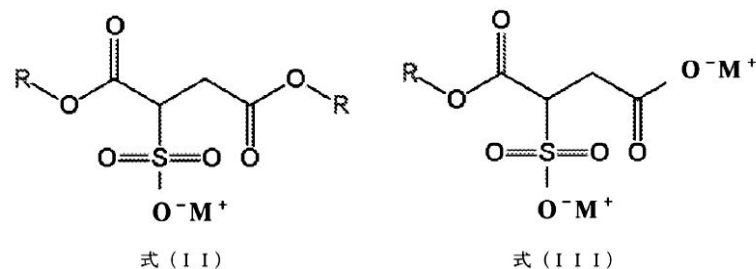
$$MSO_3 - R^1 - (-COOR^2)_n \quad \text{式(I)}$$

式中、Mが、水素、金属、またはアンモニウムカチオン、好ましくは金属カチオン、より好ましくはナトリウムを表し、 R^1 が、1つ以上のヒドロキシル、ハロゲン、ニトロ、および/またはシアノ基で任意に置換される直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1-10} 、好ましくは C_{2-4} アルキレン部分を表し、各 R^2 が、独立して、直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1-22} 、好ましくは C_{2-8} アルキルラジカル、または水素、金属、もしくはアンモニウムカチオン、好ましくは直鎖状もしくは分岐状の飽和もしくは不飽和 C_{1-22} 、より好ましくは C_{2-8} アルキルラジカルを表し、nが、1~10の整数、好ましくは1~5の整数を表す。

【0032】

より好ましくは、式Iにおいてnは2を表し、さらにより好ましくは、界面活性剤は式(II)または式(III)に従う化合物である。

【化1】



【0033】

さらにより好ましくは、界面活性剤は、ジオクチルスルホコハク酸塩、ジヘキシルスルホコハク酸塩、およびこれらの組み合わせから選択される。さらにより好ましくは、界面

10

20

30

40

50

活性剤はジオクチルスルホコハク酸塩、最も好ましくはナトリウムジオクチルスルホコハク酸、即ち、ナトリウム 1, 4 - ビス (2 - エチルヘクスオキシ) - 1, 4 - ジオキソブタン - 2 - スルホネートである。

【 0 0 3 4 】

本発明の水硬性結合剤を含まない組成物はまた、1つ以上の再分散性ポリマー粉末 (R D P) を含む。保護コロイドおよび固化防止剤などの種々の添加剤の存在下でエマルジョンポリマーを噴霧乾燥することによって作製され得る様々な R D P は、当技術分野において周知であり、商業的供給源から入手可能であり、その全てが本発明における使用に好適であると考えられる。好ましくは、本発明において使用される R D P は、非分岐状もしくは分岐状の C₁ - C₁₅ - アルキルカルボン酸のビニルエステル、C₁ - C₁₅ - アルコールの (メタ) アクリル酸エステル、ビニル芳香族、オレフィン、ジエン、ならびにビニルハロゲンジドの群から選択される1つ以上のモノマーのホモポリマーおよび/またはコポリマーおよび/またはターポリマーから選択される1つ以上の化合物を含む。好ましくは、R D P は、ビニルアセテートホモポリマー、ビニルアセテートとエチレンとのコポリマー、ビニルアセテートとエチレンおよび1つ以上のさらなるビニルエステルとのコポリマー、ビニルアセテートとエチレンおよびアクリル酸エステルとのコポリマー、エチレンおよびビニルクロライドビニルアセテートのコポリマー、スチレン - アクリル酸エステルコポリマー、スチレン - 1, 3 - ブタジエンコポリマー、ならびにこれらの組み合わせから選択されるホモポリマーまたはコポリマーを含む。

10

【 0 0 3 5 】

より好ましい実施形態では、R D P は、ビニルアセテートホモポリマー；ビニルアセテートと1~40重量%のエチレンとのコポリマー；ビニルアセテートと1~40重量%のエチレン、および1~50重量%の、カルボン酸ラジカル内に1~12個の炭素原子を有するビニルエステル、例えば、ビニルプロピオネート、ビニルラウレート、9~13個の炭素原子を有するα-分岐状カルボン酸のビニルエステル、例えば、V e o V a 9 (登録商標)、V e o V a 10 (登録商標)、V e o V a 11 (登録商標) から成る群から選択される1つ以上のさらなるモノマーとのコポリマー；ビニルアセテートと1~40重量%のエチレン、および好ましくは1~60重量%の、1~15個の炭素原子を有する非分岐状もしくは分岐状アルコールのアクリル酸エステル、具体的にはn-ブチルアクリレートまたは2-エチルヘキシルアクリレートとのコポリマー；30~75重量%のビニルアセテート、1~30重量%の、9~11個の炭素原子を有するα-分岐状カルボン酸のビニルラウレートまたはビニルエステル、および同様に1~30重量%の、1~15個の炭素原子を有する非分岐状もしくは分岐状アルコールのアクリル酸エステル、具体的にはn-ブチルアクリレートまたは2-エチルヘキシルアクリレートを含み、かつ1~40重量%のエチレンをさらに含有するコポリマー；ビニルアセテート、1~40重量%のエチレン、および1~60重量%のビニルクロライドを含むコポリマーから選択されるホモポリマーまたはコポリマーを含み、記載した補助モノマーは、規定量でポリマー内に存在してもよく、それぞれの場合における重量パーセントは合計100重量%になる。

20

30

【 0 0 3 6 】

代替の同等に好ましい実施形態では、R D P は、例えばn-ブチルアクリレートもしくは2-エチルヘキシルアクリレートのコポリマー、またはメチルメタクリレートとn-ブチルアクリレートおよび/もしくは2-エチルヘキシルアクリレートとのコポリマーなどの(メタ)アクリル酸エステルポリマー；メチルアクリレート、エチルアクリレート、プロピルアクリレート、n-ブチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレートから成る群からの1つ以上のモノマーを含むスチレン-アクリル酸エステルコポリマー；メチルアクリレート、エチルアクリレート、プロピルアクリレート、n-ブチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、および所望の場合はエチレンから成る群からの1つ以上のモノマーを含むビニルアセテート-アクリル酸エステルコポリマー；スチレン-1, 3-ブタジエンコポリマーから選択されるホモポリマーまたはコポリマーを含み、記載した補助モノマーは、規定量でポリマー内に存在してもよく、それぞれの場合における重

40

50

量パーセントは合計100重量%になる。

【0037】

特に好ましい実施形態では、RDPは、スチレン、ブタジエン、ビニルアセテート、ベルサテート、プロピオネート、ラウレート、ビニルクロライド、ビニリデンクロライド、エチレン、およびアクリレートから成る群から選択される1つ以上のモノマーのホモポリマー、コポリマー、またはターポリマー、例えば、エチレン/ビニルアセテートコポリマー（ビニルエステル-エチレンコポリマー）、ビニルアセテート/ビニル-ベルサテートコポリマー、およびスチレン/アクリル酸コポリマーである。さらにより好ましくは、RDPは、例えばDLP 2000 (Dow Wolff Cellulosics, Germanyから入手可能)などのビニルアセテート-エチレン系コポリマーである。

10

【0038】

モノマーのモノマーおよび重量比率は、一般に、-50 ~ +50、好ましくは-30 ~ +40のガラス転移温度がもたらされるように選択される。ガラス転移温度はFox方程式 [Bulletin of the American Physical Society 1, 3 Page 123 (1956)] を使用して以下の通り算出される：

$$1/T_g = w_1/T_{g(1)} + w_2/T_{g(2)}$$

【0039】

コポリマーについては、 w_1 および w_2 は、反応容器内に仕込まれるモノマーの重量に基づいて、2つのモノマーの重量分率を意味し、 $T_{g(1)}$ および $T_{g(2)}$ は、2つの対応するホモポリマーの、ケルビン度を単位とするガラス転移温度を意味する。3つ以上のモノマーを含有するポリマーについては、追加条件 ($w_n/T_{g(n)}$) が追加される。本発明の目的のためのホモポリマーのガラス転移温度は、この出版物が特定のホモポリマーの T_g を報告しない場合（その場合ホモポリマーの T_g は示差走査熱量測定法 (DSC) によって測定される）を除いて、“Polymer Handbook”, edited by J. Brandrup and E. H. Immergut, Interscience Publishers, 1966に報告されているものである。DSCによってホモポリマーのガラス転移温度を測定するために、ホモポリマー試料を調製し、アンモニアまたは一級アミンの非存在下で維持する。ホモポリマー試料を乾燥させ、データを収集しながら20 /分の速度で120 に予熱し、-100 に急冷し、次に150 に加熱する。ホモポリマーのガラス転移温度は、半値法を使用して屈曲の midpoint で測定される。

20

30

【0040】

水再分散性ポリマー粉末は、上述のホモポリマーおよび/またはコポリマーに基づく水ベースの分散液の噴霧乾燥技術によって生成される。水再分散性ポリマー粉末は、保護コロイドおよび固化防止剤から選択される1つ以上の化合物を含み得る。欧州特許第1498446A1号は、かかる水再分散性ポリマー粉末を生成する方法および実施例を開示する。

【0041】

本発明の水硬性結合剤を含まない組成物中、該RDPと該界面活性剤（複数可）との重量比は3：2 ~ 9999：1である。この範囲内で、最大量の該RDPと該界面活性剤（複数可）とは、好ましくは4999：1、より好ましくは1999：1、さらにより好ましくは4997：3、最も好ましくは999：1である。同時に、最小量の該RDPと該界面活性剤（複数可）とは、好ましくは7：3、より好ましくは4：1、さらにより好ましくは9：1、最も好ましくは99：1である。

40

【0042】

水硬性結合剤を含まない組成物は、追加の成分をさらにも含む得る。例えば、水硬性混合物が良好な加工性を有すべきである用途（例えば、タイル接着剤）に対して、水硬性結合剤を含まない組成物は、石灰、空気連行剤（この存在は水硬性混合物中の空気充填空隙をもたらす）、癒着剤、超可塑剤、レオロジー改質剤、およびこれらの混合物から選択され

50

る1つ以上の安定剤を好ましくは含む。特に好ましい実施形態では、安定剤は空気連行剤である。好ましくは、空気連行剤は、アルキルポリグルコシド（APG）、脂肪アルコールサルフェート、脂肪アルコールエーテルサルフェート、アルキルポリグリコールエーテル、脂肪アルコールエトキシレート、またはこれらの組み合わせである。より好ましくは、安定剤は、ナトリウムラウリルサルフェート（Loxanol（商標）K 12 PとしてBAS F, Germanyから99%の活性含量を有する粉末として商業的に入手可能）などの脂肪アルコールエーテルサルフェートである。水硬性結合剤を含まない組成物がかかる安定剤を含む実施形態では、該RDPと該安定剤（複数可）との重量比が19：1～999：10、好ましくは497：3～499：1であることが好ましい。

【0043】

第2の態様に従って、水硬性結合剤を含まない組成物は、RDPが、式1に従う1つ以上の界面活性剤を含む組成物と合わせられ、該界面活性剤（複数可）と該RDPとの重量比が3：2～9999：1であるRDP-界面活性剤混合物を提供するプロセスによって調製される。好ましくは、最大量の該RDPと該界面活性剤（複数可）とは、好ましくは4999：1、より好ましくは1999：1、さらにより好ましくは4997：3、最も好ましくは999：1である。同時に、最小量の該RDPと該界面活性剤（複数可）とは、好ましくは7：3、より好ましくは4：1、さらにより好ましくは9：1、最も好ましくは99：1である。

【0044】

界面活性剤を含有する組成物は、液体、例えば、水性組成物として、または、固体、例えば、粉末として提供され得る。好ましくは、界面活性剤は固体として提供される。界面活性剤が固体組成物として提供されるとき、水硬性結合剤を含まない組成物は、RDPを、界面活性剤を含有する組成物とブレンドすることによって調製され得る。

【0045】

界面活性剤が液体組成物として提供されるとき、水硬性結合剤を含まない組成物は、例えば、噴霧乾燥などの任意の従来手段により、RDP-界面活性剤混合物を乾燥させることによって提供される。好ましくは、水硬性結合剤を含まない組成物は、

(1) RDP組成物を提供することと、

(2) 式Iに従う界面活性剤を含む水溶液を該RDP上に噴霧することと、

(3) ステップ(2)において得られた混合物を噴霧乾燥することと、を含むプロセスによって調製される。

【0046】

第3の態様に従って、第1の態様の水硬性結合剤を含まない組成物は、RDPが形成されるのと同時に調製される。かかるプロセスは、不水溶性フィルムを形成するエマルジョンポリマーの分散液と、任意に、従来コロイド状安定剤および/または従来固化防止剤と、を含む水性組成物を乾燥させることを含み、該水性組成物は、上記に定義した式Iに従う1つ以上の界面活性剤を、該エマルジョンポリマーと該界面活性剤（複数可）との重量比が3：2～9999：1になるような量でさらに含む。好ましくは、最大量の該エマルジョンポリマーと該界面活性剤（複数可）とは、4999：1、より好ましくは1999：1、さらにより好ましくは4997：3、最も好ましくは999：1である。同時に、最小量の該エマルジョンポリマーと該界面活性剤（複数可）とは、好ましくは7：3、より好ましくは4：1、さらにより好ましくは9：1、最も好ましくは99：1である。

【0047】

第4の態様に従って、本発明は、水と合わせられて水硬化性混合物を形成することができる改質乾燥モルタル配合物を提供し、該水硬性モルタルは、1つ以上の水硬性結合剤と、該改質乾燥モルタル配合物の総乾燥重量に基づいて、0.3～50%の本発明の第1の態様の水硬性結合剤を含まない組成物と、を含む、標準乾燥モルタル配合物を含む。好ましくは、第1の態様の組成物は、少なくとも0.5%、より好ましくは少なくとも1.0%、さらにより好ましくは少なくとも2.5%の量で存在する。同時に、改質乾燥モルタ

10

20

30

40

50

ルが、30%以下、より好ましくは15%以下、さらにより好ましくは5%以下の第1の状態の組成物を含むことが好ましい。

【0048】

いかなる従来の水硬性結合剤をかかると乾燥モルタル内に使用してもよいが、水硬性結合剤はセメントであることが好ましい。より好ましくは、水硬性結合剤は、ポルトランドセメント、具体的には、CEM I、II、III、IV、およびV型のもの、および/またはアルミナセメント(アルミネートセメント)、ならびにこれらの組み合わせである。好ましくは、モルタルは10重量パーセント以上、より好ましくは20重量パーセント以上、さらにより好ましくは30重量パーセント以上の量の水硬性結合剤を含む。同時に、モルタルが60重量パーセント以下、より好ましくは50重量パーセント以下、さらにより好ましくは40重量パーセント以下の水硬性結合剤を含むことが好ましい。

10

【0049】

このレベルを超える濃度では、接着、曲げ、および/または圧縮強度の観察される改善が低減されるか、または失われさえすると考えられるため、改質乾燥モルタル配合物は、配合物の総乾燥重量に基づいて、1%以下、好ましくは0.9%以下、さらにより好ましくは0.8%以下の式Iに従う界面活性剤(複数可)を含む。さらに、このレベルを超える量のかかる界面活性剤の添加は、水と合わせられると、満足のいく基準または許容可能な時間尺度内で最終組成物が硬化しない程度まで、乾燥モルタル配合物の硬化動態に対して著しい有害効果を有し得る。確かに、水硬性組成物の硬化動態に対するいかなる潜在的な有害効果をも低減および/または排除するために、乾燥モルタル配合物が配合物の総乾燥重量に基づいて、0.5%以下、より好ましくは0.1%以下、さらにより好ましくは0.05%以下の式Iに従う界面活性剤(複数可)を含むような量で、乾燥モルタル配合物が水硬性結合剤を含まない組成物を含むことが好ましい。同時に、乾燥モルタル配合物が、配合物の総乾燥重量に基づいて、少なくとも0.00001%、より好ましくは少なくとも0.0001%、さらにより好ましくは少なくとも0.001%の式Iに従う界面活性剤(複数可)を含むことが好ましい。

20

【0050】

使用される量は意図される用途次第で変動するが、乾燥モルタルの総重量に基づいて、0.5~30パーセントのRDPを配合物が含有するように十分な量の水硬性結合剤を含まない組成物を乾燥モルタル配合物が含むことが好ましい。かかるRDPの組み込みは、当技術分野において一般的であり、水硬性組成物の物理的特徴に対して有益な効果を付与することが知られている。例えば、かかるRDPを組み込むことによって、当業者は、RDPおよび添加速度に依存して、とりわけ、接着特性、モルタル変形能、曲げ強度、および耐摩耗性を改質することができる。乾燥モルタル配合物中にかかる量の水硬性結合剤を含まない組成物を組み込むことによって、追加の従来のRDP添加剤への要求を低減または排除することができる。

30

【0051】

好ましくは、乾燥モルタルは1つ以上の充填剤をさらにも含む。かかる実施形態では、充填剤が1.0mm以下の粒径を有する骨材材料であることが好ましい。好ましくは、骨材材料は、珪砂、石英砂、白雲石、石灰石、真珠岩、発泡ポリスチレン、中空ガラス球、ゴム粉末、飛散灰、およびこれらの組み合わせから選択される。より好ましくは、骨材材料は珪砂である。1つ以上の充填剤が水硬性モルタル中に含まれる実施形態では、モルタルが、少なくとも1重量パーセント、より好ましくは少なくとも20重量パーセント、さらにより好ましくは少なくとも40重量パーセントのかかる材料を含むことが好ましい。同時に、モルタルが、85重量パーセント以下、より好ましくは70重量パーセント以下、最も好ましくは65重量パーセント以下のかかる材料を含むことが好ましい。

40

【0052】

好ましくは、水硬性モルタルは、1つ以上の保水剤、好ましくは水溶性多糖由来保水剤をさらにも含む。かかる保水剤としては、水溶性セルロースエーテル、デンプンエーテル、細菌性莢膜多糖(これはキサンタンガム、デキストラン、ウェランガム、ジェランガム、

50

ジウタンガム、およびプルランを含む)、例えばアルギン酸およびカラゲナンなどの他の自然発生の多糖、ならびにこれらの混合物が挙げられる。より好ましくは、保水剤は、ヒドロキシエチルメチルセルロース(HEMC)またはヒドロキシプロピルメチルセルロース(HPMC)などの水溶性セルロースエーテルである。かかる保水剤は、好ましくは、モルタル配合物の総乾燥重量に基づいて、0.1~2.0%、より好ましくは0.1~2.0%の量で含まれ、保水助剤およびレオロジー改質剤(増粘剤)の両方として作用する。

【0053】

乾燥モルタル配合物は、1つ以上の従来の再分散性ポリマー粉末(RDP)結合剤をさらに含み得る。EN12004およびEN12002は、ポリマー結合剤を含有する水硬化性接着剤に関する性能基準を提示する。かかるポリマー結合剤が存在するとき、水硬性モルタルは好ましくは、水硬性モルタルの総乾燥重量に基づいて、少なくとも0.3%重量パーセント、好ましくは少なくとも0.5%重量パーセント、より好ましくは少なくとも1.5%重量パーセントのポリマー結合剤を含む。同時に、モルタルが、50%重量パーセント以下、より好ましくは10%重量パーセント以下、さらにより好ましくは5%重量パーセント以下のポリマー結合剤(複数可)を含むことが好ましい。

10

【0054】

水硬性モルタルは、有機もしくは無機増粘剤および/または二次保水剤、垂れ防止剤、空気連行剤/癒着剤、湿潤剤、消泡剤、超可塑剤、分散剤、カルシウム錯化剤、遅延剤、促進剤、撥水剤、バイオポリマー、ならびに繊維から選択されるさらなる添加剤を任意に含有し、その全てが当技術分野において周知であり、商業的供給源から入手可能である。好ましくは、水硬性モルタル中に組み込まれるとき、かかる添加剤は、水硬性モルタルの総乾燥重量に基づいて、0.001~5%重量パーセントの量で存在する。

20

【0055】

第5の態様に従って、本発明は、本発明の第4の態様に記載の水硬性モルタルおよび水を含む、水硬化性混合物を提供する。水硬化性混合物は、EN1346およびEN1348のものなどの従来の方法に従って調製され得る。好ましくは、水硬性モルタルおよび本発明の第1の態様の組成物などの乾燥原料は、例えば水、および必要な場合はポリマー分散液などの液体結合剤などのいかなる液体原料が添加される前に、均質的に混合される。

【0056】

ポリマー分散液は、例えば水などの溶媒中に微細分散したポリマー粒子を含む二相系である。ポリマー分散液は、例えばビニルポリマーまたはポリアクリル酸エステルコポリマーなどのポリマー結合剤、ならびに疎水性および親水性部分を含有する界面活性剤として、ポリマー粒子を通常は含む。微細分散したポリマー粒子は、水が蒸発すると癒合してポリマーフィルムを形成する。

30

【0057】

第6の態様に従って、乾燥モルタル配合物を改質するための方法が提供される。本方法は、水硬性結合剤を含む標準乾燥モルタル配合物を提供することと、本発明の第1の態様に従う組成物を提供することと、本発明の第1の態様の組成物を標準乾燥モルタル配合物と合わせて、該改質水硬性モルタル配合物の総乾燥重量に基づいて、0.3~50%の本発明の第1の態様に記載の組成物を含む改質乾燥モルタル配合物を提供することと、を含むが、但し、結果として生じる改質乾燥モルタル配合物が、該改質乾燥モルタル配合物の総乾燥重量に基づいて、1%以下の上記に定義した式1に従う界面活性剤を含むことを条件とする。好ましくは、改質乾燥モルタル配合物は、少なくとも0.5%、より好ましくは少なくとも1.0%、さらにより好ましくは少なくとも2.5%の本発明の第1の態様の組成物を含む。同時に、改質乾燥モルタルが、30%以下、より好ましくは15%以下、さらにより好ましくは5%以下の第1の態様の組成物を含むことが好ましい。改質乾燥モルタル配合物が配合物の総乾燥重量に基づいて、0.9%以下、さらにより好ましくは0.8%以下の式Iに従う界面活性剤(複数可)を含むような量で、本発明の第1の態様の組成物が水硬性結合剤を含む標準乾燥モルタル配合物と合わせられるべきであることも

40

50

好ましい。さらに、水硬性組成物の硬化動態に対するいかなる潜在的な有害効果をも低減および/または排除するために、乾燥モルタル配合物が配合物の総乾燥重量に基づいて、0.5%以下、より好ましくは0.1%以下、さらにより好ましくは0.05%以下の式Iに従う界面活性剤(複数可)を含むような量で、乾燥モルタル配合物が水硬性結合剤を含まない組成物を含むことが好ましい。同時に、乾燥モルタル配合物が、配合物の総乾燥重量に基づいて、少なくとも0.00001%、より好ましくは少なくとも0.0001%、さらにより好ましくは少なくとも0.001%の式Iに従う界面活性剤(複数可)を含むことが好ましい。

【0058】

それぞれ第7および第8の態様に従って、i)水硬性結合剤を含有する乾燥モルタル配合物またはかかる乾燥モルタル配合物を含む水硬化性混合物のための改質剤組成物として、そしてii)硬化後、水硬性結合剤を含む乾燥モルタル配合物の接着、曲げ、および/または圧縮強度を増加させるために、第1の態様の組成物が使用される。これらの態様のそれぞれにおいて、本発明の第1の態様の組成物は、改質乾燥モルタル配合物が配合物の総乾燥重量に基づいて、1%以下、好ましくは0.9%以下、さらにより好ましくは0.8%以下の式Iに従う界面活性剤(複数可)を含むような量で、水硬性結合剤を含む標準乾燥モルタル配合物と合わせられるべきである。水硬性組成物の硬化動態に対するいかなる潜在的な有害効果をも低減および/または排除するために、乾燥モルタル配合物が配合物の総乾燥重量に基づいて、0.5%以下、より好ましくは0.1%以下、さらにより好ましくは0.05%以下の式Iに従う界面活性剤(複数可)を含むような量で、乾燥モルタル配合物が水硬性結合剤を含まない組成物を含むことが好ましい。同時に、乾燥モルタル配合物が、乾燥配合物の総重量に基づいて、少なくとも0.00001%、より好ましくは少なくとも0.0001%、さらにより好ましくは少なくとも0.001%の式Iに従う界面活性剤(複数可)を含むことが好ましい。

【0059】

本発明の第1の態様の水硬性結合剤を含まない組成物は、水硬性結合剤を含む任意の乾燥モルタル配合物中に有利に組み込まれ得ると考えられる。しかしながら、本発明の第1の好ましい態様に従うと、乾燥モルタル配合物はグラウト配合物である。第2の、同等に好ましい態様では、乾燥モルタル配合物はセメントベースのタイル接着剤配合物である。第3の、同等に好ましい態様では、乾燥モルタル配合物は、外断熱仕上げシステム(EIFS)および/または外断熱複合システム(ETICS)のためのセメント系接着剤またはコーティング配合物である。

【0060】

ここで本発明のいくつかの実施形態を、例示のみを目的としてさらに説明する。全ての比率、部分、および割合は、別段の記載がない限り乾燥重量によって表され、全ての構成要素は、別段の記載がない限り良好な商業的品質のものである。

【0061】

実施例

種々の界面活性剤化合物の存在および非存在下で、セメントベースのタイル接着剤(CBTA)、タイルグラウト、およびETICSベースコート接着剤/強化コート配合物を比較することによって、本発明に従うセメント系乾燥混合配合物の性能を研究した。さらに、RDPの一部を、かかる界面活性剤で置換する場合としない場合の乾燥混合配合物の性能を監視することによって、それによって少量の界面活性剤化合物が乾燥混合配合物中に組み込まれ得るピヒクルとしてのRDPの適合性を検査した。

【0062】

セメント組成物の調製

実施例全体にわたり、測定量の均質乾燥モルタルを測定量の水と合わせて手動で混合することによって、必要量の各セメント組成物(CBTA、ETICS接着剤、またはタイルグラウト)を調製した。それぞれの場合において、水-固体係数(「W/S」)を以下の通り算出した：

10

20

30

40

50

【数 1】

$$\frac{W}{S} = \frac{\text{初期水量 (g)}}{\text{改質乾燥モルタル量(g)}}$$

【0063】

硬化時間の評価

Dettki Messautomatisierung, 78736 Eppendorf / Germany により供給された自動針入度計 (Dettki AV M - 14 - PNS) を使用して、種々のセメント組成物の総合的な硬化時間を判定した。各試験の開始時において、必要量の水を混合容器内に注ぎ、その後 400 g の均質乾燥モルタルを徐々に添加し、手で 1 分間攪拌することによってセメント組成物を調製した。混合プロセスが完了したら、次にセメント組成物を、93 mm の内径および 38 mm の高さを有するポリスチレンカップ内に、組成物中への空気の封入を回避するように注意しながら移し、充填したカップを次に振動台上に配置して混合物を圧縮した。この混合物を 15 回の圧縮力に晒したら、のこぎりのような動きでスパチュラを使用して過剰なセメント組成物を削り取ることによって、セメント組成物中の滑らかな水平面を次に調製した。次に深さ 5 mm のセメント組成物の層を含む境界を、この滑らかな表面の外周に適用して液体密封を提供し、流動パラフィンの層を滑らかなセメント組成物表面の上に配置して表皮形成を抑制し、分析の間にセメント組成物が試験針に粘着するのを防止する。次に自動分析のために針入度計内に試料を配置し、混合が開始された概念的な開始点から硬化時間を算出した。試験手順の間、針貫通が深さ 36 mm に制限されるときを硬化「開始」時間として記録し、針貫通が深さ 2 mm に制限されるときを硬化「終了」時間として記録する。記録した開始値を記録した終了値から単純に減じることによって、凝縮持続時間を算出する。

【0064】

実施例 1 : RDP 組成物

以下の RDP 組成物を以下の表 1 に示すように調製した。各実施例において、ポリビニルアクリレートまたはビニルアセテート - エチレンフィルムを形成するコポリマーのいずれかを含む水分散液を調製し、必要に応じて、エマルジョンポリマーの総乾燥重量に基づいて、0.06 ~ 1.0 重量% の以下から選択される添加剤を含む水溶液と合わせた：ギ酸カルシウム (CaF) (これは硬度の増加および凝縮時間の減少を提供することが知られる従来のセメント添加剤である)、Agitan (商標) P 803 (これは商業的に入手可能な消泡剤 (Munzing, Germany) である)、Loxanol (商標) K12P (これは商業的に入手可能な空気連行剤または癒着剤 (BASF, Germany) である)、ナトリウムジオクチルスルホコハク酸 (DOSS)、およびナトリウムジヘキシルスルホコハク酸 (DHSS)。RDP 調製の技術分野において従来の通り、コロイド状安定剤および固化防止剤の存在下で、結果として生じた混合物を次に噴霧乾燥した。

【表 1】

表 1

実施例	RDP (重量%)	添加剤 (重量%)
1.1(比較)	ビニルアセテート-エチレン (100 重量%)	-
1.2(比較)	ポリビニルアクリレート (100 重量%)	-
1.3.(比較)	ビニルアセテート-エチレン (99 重量%)	CaF (1 重量%)
1.4	ビニルアセテート-エチレン (99.94 重量%)	DOSS (0.06 重量%)
1.5	ビニルアセテート-エチレン (99.75 重量%)	DOSS (0.25 重量%)
1.6	ビニルアセテート-エチレン (99.5 重量%)	DOSS (0.50 重量%)
1.7	ビニルアセテート-エチレン (99.25 重量%)	DOSS (0.75 重量%)
1.8	ビニルアセテート-エチレン (99 重量%)	DOSS (1.0 重量%)
1.9	ビニルアセテート-エチレン (99.5 重量%)	DHSS (0.5 重量%)
1.10	ビニルアセテート-エチレン (99 重量%)	DHSS (1.0 重量%)
1.11	ビニルアセテート-エチレン (99.937 重量%)	Agitan (商標) P 803 (0.063 重量%)
1.12	ビニルアセテート-エチレン (99.937 重量%)	DOSS (0.063 重量%)
1.13	ビニルアセテート-エチレン (99.9 重量%)	DOSS (0.1 重量%)
1.14	ビニルアセテート-エチレン (99.85 重量%)	DOSS (0.15 重量%)
1.15	ビニルアセテート-エチレン (99.75 重量%)	DOSS (0.25 重量%)
1.16	ビニルアセテート-エチレン (99.85 重量%)	DOSS (0.1 重量%) / Loxanol (商標) K12P (0.05 重量%)
1.17	ビニルアセテート-エチレン (99.78 重量%)	DOSS (0.15 重量%) / Loxanol (商標) K12P (0.07 重量%)
1.18	ビニルアセテート-エチレン (99.66 重量%)	DOSS (0.25 重量%) / Loxanol (商標) K12P (0.19 重量%)

10

20

【 0 0 6 5 】

実施例 2 : セメントベースのタイル接着剤 (C B T A)

実施例 1 の R D P を含む種々の配合物を比較することによって、本発明に従う C B T A 組成物の性能を研究した。各試験において、35.0 重量%の普通ポルトランドセメント C E M I 52.5 R (M i l k e , G e r m a n y) と、31.05 重量%の石英砂 F 3 2 (Q u a r z w e r k e F r e c h e n , G e r m a n y) と、31.05 重量%の石英砂 F 3 6 (Q u a r z w e r k e F r e c h e n , G e r m a n y) と、0.4 重量%のヒドロキシエチルメチルセルロースエーテル、即ち、W a l l o c e l (商標) M T W 8 0 0 0 P F 1 0 (D o w W o l f f C e l l u l o s i c s , G e r m a n y) と、2.5 重量%の実施例 1 に従う R D P と、を含む C B T A 配合物を調製した。

30

【 0 0 6 6 】

以下の表 2 に示す通り、実施例 1.1 ~ 1.10 の R D P 組成物のそれぞれを含む C B T A 組成物について、水 - 固体係数 (W / S) 、凝縮時間、引張接着強度 (E N 1348 に従って測定される) 、および開放時間 (E N 1346 に従って測定される) を記録した。

【表 2】

表 2

実施例	比較実施例			発明実施例						
	2.1	2.2	2.3	2.4	2.5	2.6	2.7	2.8	2.9	2.10
RDP	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7	1.8	1.9	1.10
$\frac{W}{S}$	0.215	0.210	0.215	0.215	0.215	0.215	0.220	0.225	0.215	0.220
硬化時間:										
初期 (分)	728	732	728	689	667	615	606	639	650	610
最終 (分)	827	823	832	790	770	700	696	714	736	691
合計 (分)	99	91	104	101	103	85	63	75	86	81
接着強度: (N/mm ²) 通常の気候										
浸水	1.62	1.38	1.16	1.68	1.71	1.85	1.72	1.76	1.52	1.57
蓄熱	1.38	1.45	1.25	1.59	1.72	1.69	1.73	1.69	1.67	1.55
	1.43	1.21	0.96	1.65	1.95	1.49	1.47	1.07	1.27	1.06
開放時間 (N/mm ²):										
20 分	1.12	1.06	1.27	1.32	0.96	0.52	0.57	0.65	0.18	0.82
30 分	0.47	0.54	0.72	0.91	0.30	0.06	0.00	0.00	0.14	0.00

10

【0067】

この結果は、0.06～1.0重量%の本発明の界面活性剤、即ち、ナトリウムジオクチルスルホコハク酸またはナトリウムジヘキシルスルホコハク酸を含むRDPを提供することによって、かかるRDPをCBTA配合物中に合わせると、従来のRDPを含むCBTA配合物または同様のレベルの従来の添加剤を含むRDPと比較して、接着強度の改善が観察されることを明らかに示す。

20

【0068】

実施例3 CBTA

実施例1のRDPを含む種々の配合物を比較することによって、本発明に従う追加のCBTA組成物の性能を研究した。各試験において、30.0重量%の普通ポルトランドセメントCEM I 52.5 R (Milke, Germany)と、67.1重量%の珪砂F34 (Quarzwерke Frechen, Germany)と、0.4重量%のヒドロキシエチルメチルセルロースエーテル、即ち、Walocel (商標) MW 4000 PF V (Dow Wolff Cellulosics, Germany)と、2.5重量%の実施例1に従うRDPと、を含むCBTA配合物を調製した。

30

【0069】

以下の表3に示す通り、実施例1.13～1.18のRDP組成物のそれぞれを含むCBTA組成物について、水-固体係数(W/S)、凝縮時間(DIN EN 196に従うピカット針試験を使用して決定される)、接着強度(EN 1348に従って測定される)、および開放時間(EN 1346に従って測定される)を記録した。さらに、配合物の加工性を目視検証し、1(優秀)～5(極めて乏しい)の加工性等級を割り振った。

【表 3】

表 3

実施例	比較実施例		発明実施例				
	3.1	3.2	3.3	3.4	3.5	3.6	3.7
RDP	1.1	1.13	1.14	1.15	1.16	1.17	1.18
$\frac{W}{S}$	0.215	0.215	0.210	0.210	0.215	0.210	0.210
硬化時間:							
初期(分)	734	715	700	649	727	730	668
最終(分)	852	864	842	783	790	790	765
合計(分)	118	149	142	134	63	60	97
接着強度: (N/mm ²)							
通常の気候	1.20	1.76	1.32	1.73	1.63	1.48	1.60
浸水	0.95	1.37	0.99	1.31	1.19	1.06	1.19
蓄熱	0.99	1.32	1.26	1.58	1.42	1.29	1.49
開放時間: (N/mm ²)							
20分	0.59	0.64	0.95	0.85	1.02	0.76	0.98
加工性等級	2	2	3-4	5	2	3	3

10

【0070】

これらの結果は、本発明のCBTA配合物が接着強度の増加を示すことを再度示す。さらに、RDPが少なくとも0.15重量%のD OSSを含んだとき、開放時間の改善も観察された。さらに、0.15重量%を超えるレベルでのD OSSのRDPへの組み込みは、CBTA配合物の加工性の低減をもたらすように見えるが、かかる加工性の低減は、空気連行剤Loxanol(商標)K12Pの組み込みによって相殺され得ることが明白である。したがって、良好な加工性が必要とされる配合物では、RDP組成物が必要な界面活性剤と共にかかる空気連行剤を含むことが好ましい。

20

【0071】

実施例4 ETICS接着剤

本発明のRDP組成物を組み込むと観察される利益はCBTA配合物に限定されないことを実証するために、実施例1のRDPを含む種々の配合物を比較することによって、本発明に従うETICS接着剤配合物の性能を研究した。各試験において、25.0重量%の普通ポルトランドセメントCEM I 42.5 R(Holcim, Germany)と、15.0重量%の珪砂F36(Quarzwерke Frechen, Germany)と、47.29重量%の珪砂FH31(Quarzwерke Frechen, Germany)と、10.0重量%のJura White CC902(Omya, Germany)と、0.1重量%のラウリルエーテルサルフェート(Loxanol(商標)K12、Cognis Germanyから入手可能)と、0.2重量%のセルロースエーテル、即ち、Methocel(商標)(Dow Construction Chemicals Inc)と、2.5重量%の実施例1に従うRDPと、を含むETICS接着剤配合物を調製した。

30

【0072】

以下の表4に示す通り、実施例1.1、1.11、および1.12のRDP組成物のそれぞれを含むCBTA組成物について、水-固体係数(W/S)、凝縮時間、接着強度(EN 1348に従って測定される)、および曲げ、圧縮強度、ならびに水の取り込み(これらのそれぞれはEN 12808-3に従って決定された)を記録した。さらに、配合物の接着特性を目視検証し、1(優秀)~6(非常に乏しい)の接着力等級を割り振った。

40

【表 4】

表 4

実施例	比較実施例		発明実施例
	3.1	3.2	3.3
RDP	1.1	1.11	1.12
$\frac{W}{S}$	20.5	20.5	20.5
硬化時間:			
初期(分)	701	639	488
最終(分)	808	802	617
合計(分)	107	163	129
接着強度(N/mm ²)			
通常の気候 (接着力等級)	0.11	0.10	0.12
浸水 (接着力等級)	4.0 0.04 6.0	3.0 0.03 6.0	1.0 0.03 6.0
曲げ強度 (N/mm ²)	2.7	3.5	4.7
圧縮強度 (N/mm ²)	7.7	8.8	13.3
水の取り込み(g/cm ²)			
30分後	0.40	0.31	0.05
240分後	0.86	0.60	0.08

10

【0073】

20

これらの結果は、本発明に従うETICS接着剤配合物が、従来のRDPを含むETICS接着剤配合物に勝る接着強度、曲げ強度、および圧縮強度の改善を提供することを明らかに示す。さらに、本発明のETICS接着剤配合物が、従来のRDPを含有する配合物と比較して減少した水の取り込みも提供したことに留意されたい。

【0074】

実施例5 タイルグラウト

上記に定義した式Iに従う界面活性剤を取り込むと観察される利益はCBTAおよび/またはETICS接着剤配合物に限定されないことを実証するために、幅広い界面活性剤化合物を含む種々のタイルグラウト配合物の性能を分析した。各試験のために、30.0重量%の普通ポルトランドセメントCEM I 42.5 R (Holcim, Germany)と、2.0重量%の高アルミナセメント(Secar (商標) 51, Kerneos, Franceから入手可能)と、15.0重量%の珪砂FH31 (Quarzwerte Frechen, Germany)と、2重量%のRDP (DLP2000)と、10.0重量%のカルシウムカーボネート(Jura White (商標) CC902, Omya, Germany)と、0.3重量%の超可塑剤(Melment (商標) F10, BASF, Germanyから入手可能)と、0.1重量%のヒドロキシエチルメチルセルロースエーテル、即ち、Walocel (商標) MTW 2000 (Dow Wolff Cellulosicsから入手可能)と、0.05~0.8重量%の以下の表5に特定した界面活性剤と、を含むタイルグラウトを調製し、配合物の残りはF34珪砂(Quarzwerte Frechen, Germany)を含んだ。

30

40

【表 5】

表 5

実施例	界面活性剤
5.1	0.2 重量% のナトリウムオレエート ¹
5.2	0.05 重量% のナトリウムジオクチルスルホコハク酸 ²
5.3	0.1 重量% のナトリウムジオクチルスルホコハク酸 ²
5.4	0.2 重量% のナトリウムジオクチルスルホコハク酸 ²
5.5	0.4 重量% のナトリウムジオクチルスルホコハク酸 ²
5.6	0.8 重量% のナトリウムジオクチルスルホコハク酸 ²
5.7	0.2 重量% のナトリウムジイソブチルスルホコハク酸 ³
5.8	0.2 重量% のスルホコハク酸モノエステル ⁴
5.9	0.2 重量% のナトリウムジオクチルスルホコハク酸/ナトリウムベンゾエート ⁵
5.10	0.2 重量% のナトリウムジシクロヘキシルスルホコハク酸 ⁶
5.11	0.2 重量% のサクシニク酸ジナトリウム塩 ⁷

10

20

30

40

50

¹ Sigma-Aldrich, Germany により供給される 97% の粉末、² Intatrade, Germany により供給される 100% の蠟様固体、³ Cytec Industries USA から Aerosol IB-45 として商業的に入手可能な液体組成物、⁴ Cytec Industries USA から Aerosol EF-810 として商業的に入手可能な液体組成物、⁵ 粉末形態で Cytec Industries USA により Aerosol OTB-B として商業的に入手可能なナトリウムジオクチルスルホコハク酸とナトリウムベンゾエートとのブレンド、⁶ Cytec Industries USA から Aerosol A-196-97 として商業的に入手可能な液体組成物、⁷ Sigma-Aldrich, Germany により供給される 99% 超の粉末

【0075】

以下の表 6 に示す通り、実施例 5.1 ~ 5.11 のタイルグラウト配合物について、水-固体係数 (W/S)、曲げ強度、および圧縮強度 (それぞれ EN 12808-3 に従って測定される)、ならびに凝縮時間 (CE 94.1 に従って測定される) を記録した。さらに、配合物の加工性を目視検証し、1 (優秀) ~ 5 (極めて乏しい) の加工性等級を割り振った。

【表 6】

表 6

実施例	5.1	5.2	5.3	5.4	5.5	5.6	5.7	5.8	5.9	5.10	5.11
$\frac{W}{S}$	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17
曲げ強度 (N/mm ²)											
24 時間	1.9	3.9	3.9	4.2	3.9	2.9	2.4	2.4	3.3	2.9	2.4
7 日	5.7	8.5	8.0	7.3	7.1	6.9	6.6	5.8	7.1	7.0	6.2
28 日	7.4	9.9	9.7	11.3	10.8	10.7	8.8	8.1	10.5	9.3	7.7
圧縮強度 (N/mm ²)											
24 時間	5.2	15.7	16.1	16.6	15.4	10.6	9.7	8.1	14.1	14.7	7.9
7 日	11.4	20.8	21.8	20.0	20.0	18.7	15.3	12.7	19.1	18.1	13.5
28 日	17.1	22.0	22.0	30.7	27.4	27.6	18.0	16.8	26.1	24.7	19.8
硬化時間 (分)											
初期	60	309	366	372	470	611	153	462	389	89	67
最終	83	340	378	382	520	747	260	540	459	110	89
合計	23	31	12	10	50	136	107	78	70	21	22
加工性等級	2	3	3	3	3	3	2.5	1.5	4	1.5	2.0

【0076】

これらの結果は、上記に定義した式 I に従う界面活性剤、具体的にはナトリウムジオク

チルスルホコハク酸 (D O S S) を含むモルタル配合物は、モルタル組成物の乾燥重量に基づいて、1重量%以下の量で存在するとき、機械的強度 (例えば、曲げ、圧縮、および / または接着強度) の驚くべき増加を提供することを示す。さらに、かかる界面活性剤の添加はモルタル組成物の硬化動態を低減し得るが、界面活性剤濃度を1重量%以下に制限することによって、許容可能な硬化時間を達成することができる。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/US2013/074253

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C04B28/04 C04B40/00 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) C04B		
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	US 5 777 003 A (HAAS WOLFGANG [DE] ET AL) 7 July 1998 (1998-07-07) columns 2-8 examples 1-25 columns 16-18; tables 1-3 -----	1-13
X	EP 1 184 406 A2 (BASF AG [DE]) 6 March 2002 (2002-03-06) paragraphs [0002] - [0076] paragraphs [0078] - [0082], [0089] -----	1-12
X	US 5 358 998 A (WENDEL KURT [DE] ET AL) 25 October 1994 (1994-10-25) column 2, line 40 - column 8, line 59 example D22 ----- -/--	1-12
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "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		Date of mailing of the international search report
24 April 2014		06/05/2014
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
		Gattinger, Irene

2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2013/074253

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2012/079095 A2 (TROY CORP [US]; KRATSCHMER GERALD RICHARD [AT]; WILKEN JORG THOMAS [DE] 14 June 2012 (2012-06-14) the whole document -----	1-13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2013/074253

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date		
US 5777003	A	07-07-1998	AT 167889 T 15-07-1998		
			CN 1162969 A 22-10-1997		
			DE 4440236 A1 15-05-1996		
			EP 0791033 A1 27-08-1997		
			ES 2119496 T3 01-10-1998		
			FI 971983 A 10-06-1997		
			JP 2942935 B2 30-08-1999		
			JP H09511782 A 25-11-1997		
			NO 972148 A 09-05-1997		
			US 5777003 A 07-07-1998		
			WO 9615187 A1 23-05-1996		

			EP 1184406	A2	06-03-2002
EP 1184406 A2 06-03-2002					
JP 2002138145 A 14-05-2002					
US 2002062006 A1 23-05-2002					

US 5358998	A	25-10-1994	BR 9203882 A 27-04-1993		
			CA 2079726 A1 08-04-1993		
			DE 4133193 A1 08-04-1993		
			EP 0536597 A1 14-04-1993		
			ES 2073838 T3 16-08-1995		
			FI 924521 A 08-04-1993		
			JP 3229036 B2 12-11-2001		
			JP H05209024 A 20-08-1993		
			US 5358998 A 25-10-1994		
			US 5536779 A 16-07-1996		
			US 6080813 A 27-06-2000		

WO 2012079095	A2	14-06-2012	AT 512620 A2 15-09-2013		
			AU 2012203612 A1 25-07-2013		
			CA 2820759 A1 14-06-2012		
			CN 103354806 A 16-10-2013		
			EP 2649025 A2 16-10-2013		
			GB 2504394 A 29-01-2014		
			US 2012148826 A1 14-06-2012		
			US 2013344250 A1 26-12-2013		
			WO 2012079095 A2 14-06-2012		

フロントページの続き

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード(参考)
C 0 4 B 24/38 (2006.01)	C 0 4 B 24/26	F
C 0 8 L 101/00 (2006.01)	C 0 4 B 24/26	G
C 0 8 K 5/41 (2006.01)	C 0 4 B 24/26	Z
	C 0 4 B 24/38	A
	C 0 8 L 101/00	
	C 0 8 K 5/41	

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(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), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), 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

(72) 発明者 ユルグ・オーストマン

ドイツ連邦共和国 ボムリッツ 2 9 6 9 9 ドルフシュトラッセ 1 3 アー

Fターム(参考) 4G112 MA00 MD01 MD08 PB03 PB16 PB22 PB28 PB31 PB40

4J002 AC001 BB001 BC011 BF011 BG041 EV236 FD316 GL00