

申請日期	90.7.12
案 號	90105657
類 別	C04B 24/38 24/07

A4
C4

587066

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書

新 型

一、發明 名稱	中 文	建築材料組合物
	英 文	Building material compositions
二、發明 創作人	姓 名	1. 凱瑞娜 René KIESEWETTER 2. 夏哈維 Hartwig SCHLESIGER 3. 莫馬丁 Martin MORNING 4. 衛康特 Gunter WEBER 5. 藍威娜 Werner LANGE 1-5 均為德國籍
	國 籍	1. 德國威茲道城赫登航街 5 號 Heitenthun 5, 29649 Wietendorf, Germany 2. 德國佛林柏特城瓦堤街 20 號 Vogteistr.20, 29683 Fallingbostel, Germany 3. 德國邦利茲城林登瑞街 25 號 Lindenring 25, 29699 Bomlitz, Germany 4. 德國佛林柏特城安華街 1a 號 Am Hang 1a, 29683 Fallingbostel, Germany 5. 德國維斯佛城海登夏街 12 號 Hinter dem Schützenholze 12, 27374 Visselhövede, Germany
三、申請人	姓 名 (名稱)	德商霍福維斯露公司 Wolff Walsrode Aktiengesellschaft
	國 籍	德國
住、居所 (事務所)	住、居所	德國維斯露工業區 D 29655 號 D 29655 Walsrode, Germany
	代 表 人 姓 名	梅漢吉 (Dr. Hans-Jurgen Meibner) 包漢斯 (Dr. Hans Bodemeier)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6
B6

本案已向：

國(地區) 申請專利, 申請日期: 案號: , 有 無主張優先權
 德 西元 2000 年 3 月 18 日 10013577.3

有關微生物已寄存於: , 寄存日期: , 寄存號碼:

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (1)

本發明涉及一種由微粒狀材料製備的或其中加有微粒狀材料的建築材料組合物，所述微粒狀材料選自微粒狀多糖或微粒狀多糖衍生物，特別是微粒狀多糖醚類，優選微粒狀纖維素醚類。該微粒狀材料製備如下：在磨機中使氣流與選自多糖或多糖衍生物的已溶脹和/或已溶解的含水進料組合物相接觸，隨後從氣流中把所形成的微粒狀材料分離出，並可以將所分離出的微粒狀材料進行乾燥。根據本發明的建築材料組合物包括例如手工用或機械塗抹的刷牆底料、磚瓦粘合劑、噴漿混凝土組合物、整平板、水泥壓出物、填料組合物及乳膠漆。

多糖或多糖醚類，特別是纖維素醚類，已被用於許多不同體系，在這些體系中它們起不同作用。取決於纖維素醚的性質及其濃度和分子量，該產物在其各種配製物中具有增稠作用並顯示不同的觸變性和/或假塑性，進而控制隨應用領域（例如用於食品、藥物、化妝品及其他）而改變的加工性能。請參見例如《Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry》（烏耳曼化工大全）vol. 5A, Verlag Chemie, Weinheim/New York, 1986。

在水泥及石膏刷牆底料中，纖維素醚類，特別是甲基纖維素混合醚類，控制需水量因而也控制操作時間及效率。水保留性決定了加工特性，如柔韌性、稠度、增塑性、粘附到平滑工具上的傾向和可刷性，以及抗流掛性和抗滑移性，以及淤漿形成性。使用纖維素醚類更能控制與基質的粘附及保證可靠的固化。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝
訂
線

五、發明說明（²）

在水泥壓出物中，特別重要的是，即使在高壓下該建築材料組合物或混合物仍能維持尺寸穩定和保持良好模塑性，更重要的是甚至在約 40~50°C 的相當高溫下仍具有良好的水保留性。很多纖維素醚類特別是甲基纖維素（混合）醚類，被加到建材混合物中以取得這一性能。

用於磚瓦粘合劑的纖維素醚類必須產生合適的增稠作用（稠度）和保水性。它們亦能明顯改善與基質的粘附性和抗流掛性。用纖維素醚類配製的磚瓦粘合劑在磚瓦所面對的不同條件下，甚至在苛刻條件下（如曝露於 70°C 的高溫，曝露於凍—融循環，曝露於水），必須不僅顯示足夠高的抗滑移性，而且必須顯示很好的粘結抗張強度。

於填料組合物中使用時，重要性能是在填料組合物的加工過程中的混合和增稠特性。填料組合物的應用性能，如良好加工性能和抗流掛性由所用纖維素醚的性質及相關流變性決定。足夠高的保水性對在加工過程中避免破裂是必要的。

當纖維素醚類用於含水塗料體系，如乳膠漆、聚矽氧烷漆及矽酸鹽漆中時，人們希望，這一應用應賦予漆或乾膜良好塗抹性能（例如低濺落傾向、良好的漆膜表面、良好的顏料分散性、高耐洗性及耐擦性等等）。纖維素醚還應明顯改善增稠性能、良好的漆貯存穩定性、加工簡單以及不影響環境等特點。

根據本發明，提供一種建築材料組合物，它由微粒狀材料製得，或其中加有微粒狀材料，所述微粒狀材料選自

五、發明說明 (3)

微粒狀多糖和微粒狀多糖衍生物，其中所述微粒狀材料由包括下列步驟的方法製得：

(a) 配成一種進料組合物，包含選自多糖和多糖衍生物的成份，和以該進料組合物總重量計 35%~99% 的水，其中所述成份是在進料組合物中已溶脹或已溶解的至少一種；

(b) 在磨機中使氣流與進料組合物接觸，由此將該進料組合物中水同時轉變為水蒸汽，而該進料組合物中的上述成份便轉變為固態微細顆粒狀材料；

10 (c) 從氣流中把該微粒狀材料分離出來；

(d) 視需要可以將此微粒材料進行乾燥。

除了操作實施例，或者另有敘述外，在說明書和申請專利範圍中所採用的所有表示組份及反應條件等量值的數字，應理解為在所有情況下均用術語“約”進行修飾。在這裏及在申請專利範圍中所用的符號“%”指百分比，而術語“wt%”指重量百分比或以重量表示的百分比。

根據本發明所用的多糖或多糖衍生物，優選纖維素醚類，特別優選甲基羥乙基纖維素醚類，當例如用於刷牆底料時，特別在苛刻條件（例如 40°C）下，與按傳統生產的
20 甲基羥乙基纖維素醚類相比，顯示保水能力改進作用。當本發明產品用於磚瓦粘合劑時，獲得改進的粘合抗張強度和/或更快開始粘合劑的固化。當此建築材料組合物是由根據本發明的微粒狀多糖或多糖衍生物製得的水泥壓出物時，觀察到明顯良好的增塑性和尺寸穩定性以及降低壓出

五、發明說明 (4)

模塑品的破裂率。一般來說本發明的建築材料組合物的優點，與使用者的技術和經濟利益相關。

本發明的建築材料組合物可以採用技術熟練人員公知的方法來製取。例如，組合物各組份，包括微粒狀多糖或
5 微粒狀多糖衍生物，可採用葉輪、有單葉片、介質磨機和壓出機混合在一起。可以在其製造過程的任一時刻，或在整個過程中，把微粒狀多糖或微粒狀多糖衍生物加到建築材料組合物中。本發明的範圍還包括在其一開始製備後及時地於某一刻（但在其使用之前）加入微粒狀多糖或微粒
10 狀多糖衍生物的建築材料組合物。

在製造用於本發明的建築材料組合物的微粒狀多糖和微粒狀多糖衍生物時，進料組合物可含有水，其量優選為
15 50%重量~80%重量，更優選為 65%重量~78%重量，以進料組合物的總重量計。此進料組合物還一般含有多糖或多糖衍生物，其量一般為 1%重量~65%重量，優選為 20%重量~50%重量，更優選為 22%重量~35%重量，以進料組合物的總重量計。

在本發明的一個實施方案中，在高轉速氣流衝擊磨機中製備微粒狀多糖和微粒狀多糖衍生物。可用於製備微粒
20 狀多糖和微粒狀多糖衍生物的高轉速氣流衝擊磨機包括技術熟練人員公知的那些。流過磨機，例如通過該高轉速氣流衝擊磨的氣流，優選是水蒸汽的過熱氣流。此過熱水蒸汽流可包括選自下列的混合物：(i) 水蒸汽與惰性氣體，如氮氣；(ii) 水蒸汽與空氣。水蒸汽的過熱氣流中

五、發明說明 (5)

水蒸汽含量，以水蒸汽過熱氣流總重計，一般為 40%~99%。

與已公開的方法，例如公開在 EP-A-0049815，EP-A-0370447，EP-A-0348046，EP-A-0835881，GB 5-A-2262527 中的相比較，製備本發明建築材料組合物的微粒狀多糖和微粒狀多糖衍生物的方法，顯得更經濟。在製備微粒狀多糖及微粒狀多糖衍生物的過程中，過熱氣流優選是過熱水蒸汽/惰性氣體混合物或過熱水蒸汽/空氣混合物，來自研磨的能量輸入被反過來轉變為熱能，因而 10 它轉變為過熱氣流並被利用。

利用上述方法，可以經濟地生產眾多多糖、多糖衍生物，特別是具有或不具有熱絮凝點的纖維素醚類，並被用於本發明的建築材料組合物中。

根據本發明，多糖衍生物，特別是纖維素醚類，被用於 15 建築材料組合物中，例如手工使用和機械使用的抹牆料（以石膏、熟石灰或水泥為基礎）、灰泥、磚瓦粘合劑、噴漿混凝土組合物、地板抹平組合物、水泥和石灰/砂石壓出物、嵌縫填料及填料組合物，以及塗料組合物，如刷牆粉、矽酸鹽漆、礦物漆、乳膠漆和含水或有機基溶解性 20 漆體系。但是，其用途並不限於上面指出的這些。

在上述建築材料組合物中，纖維素醚類的用量通常為 0.001~50% 重量，優選為 0.001~10% 重量（以建築材料組合物的總乾重計）。用於建築材料組合物中的多糖衍生物，特別是纖維素醚的量，取決於其要使用的具體領域。

五、發明說明 (6)

在石膏基抹牆底料組合物中，所加纖維素醚的量通常為 0.05~0.5% 重量；在水泥基抹牆底料組合物中，此量為 0.02~0.3% 重量（以總乾重計）。被加至填料組合物、磚瓦粘合物及水泥壓出中的量通常大一些，例如，用在石膏
5 基填料組合物中通常約為 0.1~2% 重量，而對水泥基填料組合物則為 0.1~1% 重量（以總乾重計）。

根據本發明，離子和非離子多糖或多糖衍生物，特別是具有或不具有熱絮凝點的多糖醚類和多糖酯類，均可用於所述建築材料組合物中。能用於本發明建築材料組合物
10 中的特別優選纖維素醚類和纖維素酯類，包括含有至少一個或多個選自下列的取代基（例如所謂二元或三元混合醚類）。這類取代基的例子包括（但不限於）：羥乙基、羥丙基、羥丁基、甲基、乙基、丙基、苄基、膦醯甲基、膦醯乙基、二羥丙基、羧甲基、磺甲基、磺乙基、疏水長鏈
15 支化或非支化烷基、疏水長鏈支化或非支化烷芳基或芳烷基，N,N-二乙胺基烷基和陽離子或陽離子化的基團以及乙酸根、丙酸根、丁酸根、乳酸根、硝酸根和硫酸根。

可加至本發明建築材料組合物中的多糖衍生物，特別是多糖醚類和酯類包括（但不限於）下面描述的那些；

20 A) 可以使用纖維素衍生物，特別是纖維素醚類，例如羥烷基纖維素類{如羥乙基纖維素(HEC)、羥丙基纖維素(HPC)和羥丙基羥乙基纖維素(HPHEC)}；羧烷基纖維素類{如羧甲基纖維素(CMC)}；羧烷基羥烷基纖維素類{羧甲基羥乙基纖維素(CMHEC)及羧甲基羥丙基

五、發明說明 (7)

纖維素 (CMHPC) } ; 磺烷基纖維素類 { 如磺乙基纖維素 (SEC) 及磺丙基纖維素 (SPC) } ; 羧烷基磺烷基纖維素類 { 如羧甲基磺乙基纖維素 (CMSEC) 及羧甲基磺丙基纖維素 (CMSPC) } ; 羥烷基磺烷基纖維素類 { 如羥乙基磺乙基纖維素 (HESEC) 、羥丙基磺乙基纖維素 (HPSEC) 及羥乙基羥丙基磺乙基纖維素 (HEHPSEC) } ; 烷基羥烷基磺烷基纖維素類 { 如甲基羥乙基磺乙基纖維素 (MHESEC) 、甲基羥丙基磺乙基纖維素 (MHPSEC) 及甲基羥乙基羥丙基磺乙基纖維素 (MHEHPSEC) } ; 烷基纖維素類 { 如甲基纖維素 (MC) 和乙基纖維素 (EC) } ; 烷基羥烷基纖維素類 { 如甲基羥乙基纖維素 (MHEC) 、乙基羥乙基纖維素 (EHEC) 、甲基羥丙基纖維素 (MHPC) 及乙基羥丙基纖維素 (EHPC) } ; 鏈烯基纖維素類及離子和非離子鏈烯基纖維素混合醚類 { 如烯丙基纖維素、烯丙基甲基纖維素、烯丙基乙基纖維素及羧甲基烯丙基纖維素 } ; 二烷氨基烷基纖維素類 { 如 N,N-二甲氨基乙基纖維素及 N,N-二乙胺基乙基纖維素 } ; 二烷氨基烷基羥烷基纖維素類 { 如 N,N-二甲氨基乙基羥乙基纖維素及 N,N-二甲氨基乙基羥丙基纖維素 } ; 芳基-和芳烷基-和芳基羥烷基纖維素類 { 如苳基纖維素、甲基苳基纖維素及苳基羥乙基纖維素 } ; 以及上述纖維素醚類與疏水改性縮水甘油醚類的反應產物，它們含有帶 C₃~C₁₅ 碳原子的烷基或帶 C₇~C₁₅ 碳原子的芳烷基。

B) 可以使用澱粉及澱粉衍生物類，特別是澱粉醚

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明 (8)

類，特別優選溶於冷水和熱水中的澱粉醚類，例如氧化的、羥烷基化的、羧烷基化的、烷基化的、氮陽離子化的或陽離子澱粉醚類。

C) 可以使用半乳甘露聚糖類，例如角豆樹粉、瓜耳膠(guar)及瓜耳膠衍生物，特別是瓜耳膠醚類，如羥乙基瓜耳膠、羥丙基瓜耳膠、甲基瓜耳膠、乙基瓜耳膠、甲基羥乙基瓜耳膠、甲基羥丙基瓜耳膠及羧甲基瓜耳膠。

D) 可以使用藻酸鹽及其衍生物。

E) 可以使用纖維素醚類的物理摻混物，例如甲基羥乙基纖維素與羧甲基纖維素的摻混物。可以使用澱粉醚類的摻混物，例如羥乙基澱粉與陽離子澱粉和/或羧甲基化澱粉的摻混物。可以使用瓜耳膠醚類的摻混物，例如羥乙基瓜耳膠與甲基瓜耳膠的摻混物。此外，纖維素醚類與澱粉醚類和/或瓜耳膠醚類的摻混物也可使用，例如甲基羥乙基纖維素與羥丙基澱粉和羥丙基瓜耳膠的摻混物。

F) 也可使用纖維素和澱粉酯類，例如硝酸纖維素、乙酸纖維素和丁酸纖維素。

特別優選的多糖或多糖衍生物是纖維素衍生物，特別是水溶和/或有機溶解的纖維素醚類，如甲基纖維素醚(MC)、乙基纖維素醚(EC)、羧甲基纖維素醚(CMC) {優選其鹽類，如羧甲基纖維素醚鈉}、甲基羥乙基纖維素(MHEC)、甲基羥丙基纖維素(MHPC)、乙基羥乙基纖維素(EHEC)、乙基羥丙基纖維素(EHPC)、甲基羥乙基羥丙基纖維素(MHEHPC)、羥

五、發明說明 (9)

乙基纖維素 (HEC) 及羥丙基纖維素 (HPC) 以及上述纖維素醚類與含有長鏈直鏈烷基或支化烷基 (含 $C_2 \sim C_{18}$ 碳原子) 或者含有芳烷基 (含 $C_7 \sim C_{15}$ 碳原子) 的試劑反應的產物。

5 用於本發明建築材料組合物中的纖維素醚的比例一般取決於具體應用和所要使用的領域。一般來說，本發明的建築材料組合物含的纖維素醚量，以建築材料組合物的乾燥固體總量計，為 0.01% 重量 ~ 50% 重量，優選為 0.01% 重量 ~ 10% 重量。

10 正如技術人員所公知的，在配方中纖維素醚類一般不單獨使用，而是與一系列添加劑和/或改性劑合用，例如使之改進加工過程中的某些效果。因此用於本發明建築材料組合物 (如抹牆底料、磚瓦粘合劑、填料組合物等等) 的纖維素醚類，可與例如水膠體、聚合物分散粉末、消泡劑、膨脹劑、填料、光添加劑、聚丙烯酸酯類、聚丙烯醯胺類、疏水劑、空氣夾帶劑、合成增稠劑、分散助劑、防絮凝劑和/或阻滯劑或阻滯劑混合物和/或促進劑和/或穩定劑。典型的填料具體包括石英砂、白雲石、石灰石砂、硫酸鈣二水合物或它們的粉末等。

20 基於石膏、熟石灰和水泥的建築材料組合物典型地組成如下 (其中所有 % 重量均是以總乾重計)：

99.99—1% 重量	石膏、熟石灰、水泥或熟石灰/水泥；
0.001—5% 重量	纖維素醚類；
0—90% 重量	石英砂或石灰石砂；

五、發明說明 (10)

0—10%重量 聚合物分散粉；

0—10%重量 澄清添加劑；

0—1%重量 疏水劑；

0—0.5%重量 澱粉醚；及

5 0—0.1%重量 空氣夾帶劑

典型作法是把水加至本發明的建築材料組合物中，直到達到所需的稠度為止。建築材料組合物的性質、組成和加工對熟練技術人員來說是習知者。例如參見 Wolff Walsrode AG 的產品小冊子 “Walocel® M - 10 Methylcellulosen für Putz - und Mauermörtel” (Walocel® M—灰泥—及牆灰漿用的甲基纖維素)，02/1996。

特殊輔助物或摻和劑的性質和比例對熟練技術人員來說通常是習知者。但是對上述加入操作並無限制。取決於應用上的要求，所述抹牆底料體系還可含有別的添加劑。15 在這一點上可參見：I. Schrage 的論文，發表在 Ullmanns Enzyklopadie der technischen Chemie (烏耳曼化工大全) vol. 9, Verlag Chemie, Weinheim, New York, 1974, pp. 312, 以及本文所引用的文獻和 DE—A—19541945；DE—A—19543933；EP—A—0458328；和 US 5, 047, 086 等。

20 本發明更詳細地描述在下列實施例中，這些實施例僅用作敘述，因而對本領域熟練技術人員來說各種修改和變動是顯而易見的。除非另外指出，所有份數及百分數均指重量。

五、發明說明 (11)

實施例

下列實施例代表本發明的非限制性實施方案。由按照本發明製備的微粒狀纖維素醚類所製得的建築材料組合物，每例均與含通常市售甲基羥乙基纖維素的建築材料組

5 合物進行比較。

符號“DS”（平均取代度）和“MS”（莫耳取代度）的意義，對與本發明所用纖維素醚類相關技術領域的熟練技術人員來說是公知的，並在下面用實施例方式述及。術語“DS”指纖維素中每個葡萄糖殘基中取代羥基的
10 平均數，術語“MS”表示與纖維素每個葡萄糖殘基結合的反應劑平均莫耳數。

下列實施例中，蒸餾水中的 2% 重量水溶液的粘度，用 Haake 的 RV 100 型旋轉粘度計，M 500 系統，MV 測量裝置，按照 DIN 53019，在 $D=2.5 \text{ 秒}^{-1}$ 剪下來速度及 20
15 $^{\circ}\text{C}$ 的溫度下進行測定。

下列實施例所述建築材料組合物中，甲基羥乙基纖維素醚類（MHEC）總是作為纖維素醚使用。本發明所用的甲基羥乙基纖維素醚類，就生產型式（鹼化、醚化、提純）和取代度（DS—甲基和 MS—羥乙基）而言精確地與
20 具體參考樣品匹配。與參考樣品相反，用於本發明的甲基羥乙基纖維素醚類被溶脹和/或以本文前述方式用 65—78 % 重量（以總重計）的水進行溶解。然後將已溶脹和/或已溶解纖維素醚的水轉化為蒸汽相，而已溶解和/或已溶脹纖維素醚在高轉速氣流衝擊磨機中，被過熱水蒸汽/惰

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (12)

性氣體混合物或水蒸汽/空氣混合物（其水蒸汽含量以水蒸汽/惰性氣體混合物或水蒸汽/空氣混合物的總重計）轉化為微細固體顆粒狀的固態。將所得的固態顆粒從氣流中分離出並乾燥之。

- 5 正如實施例中所採用的，百分數為重量百分數，術語“min”和“s”分別指分鐘和秒；術語“rpm”指“每分鐘的轉數”。術語“DS-Me”和“MS-HE”指被甲基和羥乙基取代的程度。縮寫“PP”和“PF”指所用產品的研磨細度，更具體指超細粉末（“PP”）和細粉末
- 10 （“PF”）。以實施例的方式每種情況下均述及分級曲線。

所謂“WRV”和“WRV 變化”分別表示當溫度由 20℃ 升至 40℃ 時保水容量水準及保水容量降低的百分數。

水/固因子 (W/S) 定義如下：

- 15
$$W/S = \text{水流速} / (\text{濕灰泥流速} - \text{水流速})。$$

參見例如 Wolff Walsrode AG 的產品小冊子“Walocel® M - Methylcellulosen für Putz - und Mauermörtel”（Walocel® M - 灰泥 - 及牆灰漿用的甲基纖維素），02/1996。

- 20 通過用帶有相當於 DIN 4188 篩的篩分機將微粒狀纖維素醚類進行篩分而測定分級曲線。使用的篩孔為 0.25 毫米、0.20 毫米、0.16 毫米、0.125 毫米、0.100 毫米及 0.063 毫米的篩子。

各實施例中建築材料組合物的組成列於表 1。其中所引用的數字是重量份。

五、發明說明 (13)

表 1

用數字表示本文實施例中的建材組成

組份的性質	石灰水泥抹牆底料	磚瓦粘合劑	水泥壓出物
卜特蘭水泥	1000	400	2000
熟石灰	900	—	—
石英砂	700	585	2000
纖維素醚 ^(a)	9	40	18
疏水劑	20	—	—
夾帶空氣劑	2.0	—	—
纖維素纖維	—	—	200
聚合物分散粉末	—	15	—

(a) 根據本發明製備的微粒狀纖維素醚，或比較例用的微粒狀纖維素醚。

5

石灰水泥抹牆底料類建築材料組合物：

用牌號為 CEM I 32.5R 的卜特蘭水泥（產自 Hover works, Alsen - Breitenburg）進行石灰水泥抹牆底料試驗。所用的砂是產自 Quarzwerke Frechen 的細度為 F34 的石英砂，產自 Dyckerhoff 的熟石灰。所用空氣夾帶劑是產品 LP-W-1[®]，Wolff Walsrode AG，產自 Greven Fettchemie 的硬脂酸鋅是疏水劑。用表 1 提到的及下面描述的纖維素醚類與這些產品摻混。通過測量相應於 DIN 18555 第 2 部分的坍塌度而測定稠度。用作比較的標準纖維素醚是產品 15 Walocel[®] MKX 60000 PF01, Wolff Walsrode AG。按照 DIN

五、發明說明 (14)

18555 測定保水容量。把水/固因子調節到 0.21，並按下面所示的試驗法評估該牆底料。

磚瓦粘合劑建築材料組合物：

用產自 Elotex AG 的聚合物分散粉末 Elotex WS 45[®] 進行磚瓦粘合劑的試驗。用於試驗磚瓦粘合劑的卜特蘭水泥的牌號為 CEM I 42.5R (Lagerdorf works 製，Alsen - Breitenburg)。用於該組合物的砂是產自 Quarzwerke Frechen 的細度為 F34 的石英砂。用作比較標準的纖維素醚是產品 Walocel[®] MKX 40000 PP01 (Wolff Walsrode AG 產)。

將表 1 中所指的乾燥固體在一個塑料袋中稱出，用手反覆搖動約 5 分鐘將它們均勻混合，在此過程中首先把所有水泥塊狀物研碎。採用表 1 所述含量，通過加入水而使水/固因子達到 0.23，並按下述方法評價所得的磚瓦粘合劑。

15 水泥壓出物類建築材料組合物：

用牌號為 CEM 1 32.5 的卜特蘭水泥 (產自 Hover works 製，Alsen - Breitenburg) 和產自 Quarzwerke Frechen 的細度為 W12 的石英砂進行水泥壓出物試驗。所用的纖維素纖維是購自 Rettenmaier & Sohne 的 Arbocel[®] BW 40。用作比較標準的纖維素醚是產品 Walocel[®] VP-M-20678 (Wolff Walsrode AG 產)。用產自 Lodige 的型號為 M20 MK Lodige 的混合機和產自 Handle 的型號為 PZ VM8D 半工業擠壓機進行壓出試驗。通過往 Lodige 混合機內加入配方中所示量的乾燥固體物而製得壓出物。一旦

五、發明說明 (15)

乾燥，混合物已被均勻混合[4 分鐘，250 rpm]，以 4.0 巴壓力噴入為獲得水/固因子為 0.31 所需的溫水 (T=35 °C)，並把該批料在 250 rpm 下再混合 2×2.5 分鐘。然後將所得混合物馬上轉移到擠壓機中。所有隨後的試驗擠壓

5 機操作條件設定，均與參考樣品進行的壓出試驗相應 (10 毫米穿孔插入；預壓轉速 12 rpm；螺桿擠壓轉速 15 rpm；預熱及加壓頭 40°C；預壓用有十字軸的螺桿，超出頂部 20 毫米，或超出底部 20 毫米；尖端螺桿指向位置正常；擠壓頭不降低；真空度 0.8 巴)。

10 表 2 總結了下面各實施例中用作比較樣品的纖維素醚類的產品參數。

表 2

用於比較目的的纖維素醚類的產品參數

產品牌號 ¹⁾	DS-Me	MS-HE	粘度(毫巴.秒)
Walocel® MKX 60000 PF01	1.57	0.27	57740
Walocel® MKX 40000 PP01	1.59	0.29	38600
Walocel® VP-M-20678	1.47	0.28	92330

15 ¹⁾ 市售 Wolff Walsrode AG 產品

石灰水泥抹牆底料的試驗結果

對用於本發明組合物中的纖維素醚類在抹牆底料方面的試驗，通過與參考樣品 Walocel® MKX 60000 PF01 (=

20 Wolff Walsrode AG 的商業產品) 相比較而進行。用於本

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (16)

發明的甲基羥乙基纖維素醚類的粘度與標準相比均列入表 3，處於差不多同樣高水準。

表 3

5 所用甲基羥乙基纖維素醚類的產品參數

No.	樣 品	粘度 (毫巴.秒)
1	Walocel® MKX 60000 PF 01 ¹⁾	57740
2	本發明樣品 1	59215
3	本發明樣品 2	62161
4	本發明樣品 3	59804

¹⁾ 參考樣品 (=比較樣品)

篩分分析的結果示於表 4 中。

10 表 4

篩分分析比較

No.	樣 品	篩分級 (%) ²⁾					
		<0.25 毫米	<0.20 毫米	<0.16 毫米	<0.12 5 毫米	<0.10 0 毫米	<0.06 3 毫米
1	Walocel® MKX 60000 PF01 ¹⁾	99.90	99.95	94.79	85.03	74.75	47.23
2	本發明樣品 1	99.84	99.62	98.79	93.20	83.83	50.15
3	本發明樣品 2	98.59	95.20	88.18	76.25	61.77	29.29
4	本發明樣品 3	99.24	94.85	87.51	74.54	58.46	23.23

¹⁾ 參考樣品 (=比較樣品)

²⁾ 通過 0.25 毫米、0.20 毫米、0.16 毫米、0.125 毫米、0.100 毫米、0.063 毫米的篩孔篩分得到的分級曲線。

五、發明說明 (17)

試驗的結果彙總於下面。樣品 2 在粒度方面相應於參考產品，所有其他樣品的超細微粒含量明顯地低。

石灰水泥抹牆底料組合物的應用試驗結果彙總於表 5。

5

表 5

石灰水泥抹牆底料組合物的應用結果

No.	樣品	在下述溫度下的 塌陷度(毫米) ²⁾		在下述溫度下 的保水性(%) ³⁾		WRV 變化 (%) ⁴⁾
		20°C	40°C	20°C	40°C	
1	Walocel [®] MKX 60000 PF 01 ¹⁾	166	160	97.46	96.49	0.97
2	本發明的樣品 1	169	163	97.65	97.17	0.48
3	本發明的樣品 2	169	163	97.64	97.04	0.60
4	本發明的樣品 3	162	162	97.41	96.72	0.69

¹⁾ 參考樣品 (= 比較樣品)

²⁾ 坍塌度被調節到 160 毫米 ± 5 毫米

³⁾ 5 分鐘後測定；總偏差約 ± 0.1%

⁴⁾ T = 20°C 和 T = 40°C 下的保水性變化

10

相對於比較實施例，代表本發明建築材料組合物的 2—4 號樣品，其保水值明顯較高，特別是在異常不利溫度 40°C 下時。因為人們通常預期抹牆底料的保水性能受超細微粒含量影響，因此人們以為 3—4 號樣品應具有明顯差的保水值，特別是在溫度 40°C 時。

15

磚瓦粘合劑試驗結果

用於本發明組合物中的微粒狀纖維素醚類在磚瓦粘合劑方面的試驗，通過與參考樣品 Walocel[®] MKX 40000

20

五、發明說明 (18)

PP01 (= Wolff Walsrode AG 的商業產品) 相比較而進行。這些結果在下面進行討論。表 6 中列出了樣品的粘度。

5 表 6

磚瓦粘合劑試驗所用產品的粘度

樣 品	粘度 (毫巴.秒)
Walocel [®] MKX 40000 PP 01 ¹⁾	38600
本發明樣品 4	38003
樣品 5	37414

¹⁾ 參考樣品 (= 比較樣品)

這些樣品在其產生粘度方面非常相近，未記錄下明顯差別。這些產品的分級曲線也顯示實際上等同的值，如表 7 中所彙總者。

表 7

用於磚瓦粘合的建築材料組合物中纖維素醚類的分級曲線比較

樣 品	篩分分析 (%) ²⁾					
	<0.25 0 毫米	<0.20 0 毫米	<0.16 0 毫米	<0.12 5 毫米	<0.10 0 毫米	<0.06 3 毫米
Walocel [®] MKX 40000 PP 01 ¹⁾	100	99.9	99.5	97.3	91.9	61.8
本發明樣品 4	99.7	99.0	95.7	89.1	80.2	54.5
本發明樣品 5	100	99.9	99.4	95.5	89.6	68.4

15 ¹⁾ 參考樣品 (= 比較樣品)

²⁾ 通過 0.25 毫米、0.20 毫米、0.16 毫米、0.125 毫米、0.100 毫米、0.063 毫米的篩孔篩分而得出的分級曲線。

五、發明說明 (19)

進一步的試驗集中在下列各點。

抗流掛性、抗剪下來強度及混合性能

為此，把磚瓦粘合劑加到燒杯中，加入適量的水，按下停表後，把內容物用木棒充分攪拌 30 秒鐘。隨後從混合物中取出的木攪拌器上用肉眼評估磚瓦粘合劑的抗流掛性。磚瓦粘合劑在木攪拌器上不流動時，抗流掛性相當於 100% 即完全抗流掛；而 < 80% 意味此粘合劑的稠度太差，不再可能明顯塗到木棒上。混合開始後 5 分鐘，將樣品再徹底攪拌 1 分鐘，並第二次評估抗流掛性（= 抗剪下來強度）。

抗剪下來強度和混合性能的評估

表 6 中配製用的纖維素醚類的混合性能評估結果，在每種情況下均是等同的（= 97.5% 抗流掛性）。樣品按傳統混合，並顯示恆定增大的增稠作用。在每種情況下，30 秒後的抗流掛性或抗剪下來強度，以及對其 5 分鐘和 6 分鐘後的混合性能的評估結果均是相等的。在每種情況下 6 分鐘後的抗剪下來強度均在同一水準上，未記錄下差異。

被檢驗的其他參數包括：

塌陷性：

此試驗評估作為混合所用水量函數的粘合脊的壓縮性，方法是把 10×10 公分玻璃片放到用刷子塗上的磚瓦粘合劑上。當放上一個砝碼後，以玻璃片的潤濕度測定磚瓦粘合脊的壓縮性。為此，如上所述將磚瓦粘合劑混合，並測定 30 秒後的抗流掛性和 5 分鐘後的抗剪下來強度。7

五、發明說明 (20)

分鐘後，把該磚瓦粘合劑放到 10×10 公分丙烯酸樹脂片上，並用分散刷（6×6 毫米；成 60° 角）把所有多餘粘合劑除去。把停表定於零，在刷子塗過 10 分鐘後，把玻璃片放到粘合劑上，使得兩個外緣停留在脊的中部。馬上把一個 2.21 公斤的砝碼放在片子的中部 30 秒鐘。用尺子或有柵格的膜進行測量，所放玻璃片的潤濕性以百分數表示。

抗滑動性：

為測量磚瓦粘合劑的抗滑動性，用刷子（分散刷 4×4 毫米）將其塗到滑動板（高 220 毫米；200×250 毫米；材料為 PVC）上。然後，用已稱重的磚及附加砝碼（50 克砝碼），測定正好仍被粘合劑粘住時，該磚（10×10 公分石材片；200 克）的最大重量。所記載的值是以毫米表示的 30 秒後無附加砝碼情況下磚滑動性，或以每公分²的克數（克/公分²）表示的最大磚重。

露天粘固時間：

露天粘固時間是測量可以把磚瓦砌到用刷塗上的磚瓦粘合劑層上所需經歷的時間。在一定時間（5/10/15/20/25/30 分）之後，分別將磚放到用刷塗好的磚瓦粘合劑上，隨後把磚移去。把 100 克磚瓦粘合劑放到 200 毫升燒杯中而進行試驗。加入限定量的水。開始用停表計時，然後把燒杯內容物攪拌 1 分鐘，放置 3 分鐘，再攪拌 1 分鐘。隨後把磚瓦粘合劑塗到 Eternit 石棉水泥片 [40×20 公分] 上，並用分散刷 [4×4 毫米] 刷勻。把停表調零。再經 5 分鐘後，砌上第一塊磚，在其上放 3 公斤砝碼

五、發明說明 (21)

30 秒。在 5 分鐘的間隔內，再砌上其它的磚並同樣放上 3 公斤砝碼。40 分鐘後，把所有的磚取出並翻轉。用柵格膜測定磚的反面被磚瓦粘合劑沾上的程度，並以百分數表示（約為 5%）。所述露天粘固時間是以分鐘表示的時間，

5 經此段時間在磚的反面觀察到有 $\geq 50\%$ 粘合劑粘固上。

粘結抗張強度：

按 EN 1348，在曝露於標準熱和濕度條件下及曝露於凍/融循環下測定粘結抗張強度。

固化時間：

- 10 偵測從混合磚瓦粘合劑到固化開始再到固化結束這一固化過程。偵測原理是：以鋼針（自動 Vicat 針入計）在磚瓦粘合劑中的針入度測定固化時間。為進行偵測，首先測定或確立水/固因子。把至少 400 克被檢磚瓦粘合劑與
- 15 所要測定的水量，用手混合 1 分鐘並馬上放置，吹入盡可能少的空氣泡，而同時將其填入已塗油的硬橡膠錐體（高：40 毫米）輕輕搗實。然後以鋸式操作用一個寬刮刀不施壓力把表面修平。在樣品表面用石蠟油（型號 P 420）覆蓋之前，將約 0.5 公分厚的磚瓦粘合劑層塗到外周以防止油跑掉。以油防止出現表皮層和防止磚瓦粘合劑粘
- 20 到試驗鋼針上。把錐體放到先前已塗油的玻璃片（直徑：120 毫米）上，大的敞口一面向下。把已放入錐體的玻璃片放到 Vicat 容器的立柱基上。進行測量，直到磚瓦粘合劑完全固化和錐體的針入至多不過 1~2 毫米為止。測定的時間間隔以 5、10 和 15 分鐘連續選擇，這取決於固化
- 25 時間能持續多久。鋼針針入深度為時間的函數，當鋼針不能穿過磚瓦粘合劑淤漿 40 毫米深時，表示固化開始了。當鋼針針入磚瓦粘合劑淤漿中至多不過 1~2 毫米深度

五、發明說明 (22)

時，表示固化已完全。所述結果是以小時和分鐘表示的固化開始和固化結束時間。

表 8 匯集了磚瓦粘合劑試驗結果。

5 表 8

磚瓦粘合劑試驗結果

樣品	單位	No.1	No.2	No.3
MKX 40000 PP 01 (參考樣品)	%	100	—	—
本發明樣品 4	%	—	100	—
本發明樣品 5	%	—	—	100
水/固因子	—	0.23	0.23	0.23
塌陷度				
潤濕度	%	96	96	96
滑動試驗				
30 秒後	毫米	1.4	1.0	1.0
總重	克	50	50	50
最大磚重	克/公分 ²	<2.0	<2.0	<2.0
露天粘固時間，放置後：				
5 分鐘	%	90	90	90
10 分鐘	%	70	60	55
15 分鐘	%	55	40	40
20 分鐘	%	30	20	35
25 分鐘	%	15	10	15
30 分鐘	%	痕量	痕量	痕量
按 EN 1348 測的粘 結抗張強度				
曝露於標準環境	N/毫米 ²	1.55	1.74	1.81
曝露於熱環境	N/毫米 ²	0.28	0.63	0.73
曝露於水	N/毫米 ²	1.22	1.23	1.41
曝露於凍/融循環	N/毫米 ²	0.60	0.64	0.97
Vicat 固化時間				
開始後	小時:分鐘	12:15	10:30	10:45
結束後	小時:分鐘	15:15	13:30	14:00
持續	小時:分鐘	03:00	03:00	03:15

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (23)

當水/固因子相同和露天粘固時間相似時，在磚瓦粘合劑中，本發明建築材料組合物中用的微粒狀纖維素醚類，在磚瓦滑動性方面和粘結抗張強度改善方面顯示其優越性，其中當曝露於特別苛刻熱環境（磚瓦曝露於 70°C 的溫度）下時記錄到較高的強度。

本發明組合物中用的纖維素醚類也提前了磚瓦粘合劑固化的開始時間。與參考樣品相比，用它們配製的磚瓦粘合劑固化要快約 1~2 小時，其結果是磚瓦更快砌好或更快可以踩過。從固化開始到固化結束這一固化過程的持續過程在所有情況下均差不多，約為 3 小時。

水泥壓出物試驗結果：

水泥壓出物試驗以本發明組合物中用的微粒狀纖維素醚類來進行。所用參考樣品是 Walocel® VP-M-20678（= Wolff Walsrode AG 的商業產品）。

本發明組合物用的甲基羥乙基纖維素醚類的粘度與標準的比較，彙總在表 9 之中，它們均處於相近水準。

表 9

所用甲基羥乙基纖維素醚的粘度

No.	樣品	粘度 (毫巴.秒)
1	Walocel® VP-M-20678 ¹⁾	92330
2	本發明樣品 6	96330
3	本發明樣品 7	93090
4	本發明樣品 8	93980

¹⁾ 參考樣品 (= 比較樣品)

五、發明說明 (24)

篩分分析的結果示於表 10 中。

表 10

篩分分析的比較

No.	樣 品	篩分級 (%) ²⁾					
		<0.25 毫米	<0.20 毫米	<0.16 毫米	<0.12 5 毫米	<0.10 0 毫米	<0.06 3 毫米
1	Walocel [®] VP -M-20678 ¹⁾	99.98	99.92	95.38	87.08	75.24	49.64
2	本發明樣品 6	99.74	99.32	98.32	94.83	79.04	55.48
3	本發明樣品 7	99.46	98.69	96.63	91.44	73.93	50.32
4	本發明樣品 8	99.36	98.23	95.39	88.00	76.68	52.69

5 ¹⁾ 參考樣品 (= 比較樣品)

²⁾ 通過 0.25 毫米、0.20 毫米、0.16 毫米、0.125 毫米、0.100 毫米、0.063 毫米篩孔篩分所得的分級曲線。

本發明建築材料組合物用的纖維素醚類即表 10 中編號為 2—4 的樣品所用纖維素醚類與所用參考樣品相比，僅在粒度上稍有差別，因而與標準物比較非常接近。

上面描述了用於製備混合物及壓出物的方法。每種情況下在 2—13 分鐘的試驗期內，在電腦控制下，擠壓機的各機器參數（施壓壓力、壓出物的卸下速度、預壓及螺桿擠壓的電力消耗、加壓頭及料筒的溫度、真空度）被記錄下來。與參考樣品相比，未觀察到任何一類有變化。

對壓出物的評估，集中在模壓物的可視外觀上，並測出壓出物的濕堆積密度。這一評估結果彙總於表 11 中。

五、發明說明 (25)

表 11

壓出試驗的應用結果

No.	樣品	濕重 (克)	濕堆積 密度(克 /mL)	對壓出的評估	首次裂 紋出現 時間
1	Walocel® VP-M- 206781)	512	1.86	絮凝狀結構，從 13 分 30 秒起出現較大裂紋	11 分 40 秒
2	本發明的 樣品 6	548	1.88	開始時比 No.1 差一些， 但以後和 No.1 一樣；不 良區域面積比 No.1 少； 總的來說比 No.1 好一 些；更平滑	12 分 30 秒
3	本發明的 樣品 7	501	1.87	開始時如 No.1；平滑表 面；從 12 分 55 秒起出現 相當小的裂紋；比 No.2 差一點，但比 No.1 好	11 分 50 秒
4	本發明的 樣品 8	462	1.90	開始時比 No.3 差（表面 更不平整），然後不斷變 得較好，實際上無孔眼； 總體上最好	13 分

1) 參考樣品 (= 比較樣品)

- 5 總的來說，根據本發明用纖維素醚類生產的壓出模製物，與比較樣品相比，獲得了明顯好的評估結果。利用根據本發明的組合物中的纖維素醚類，可獲得更好的增塑性和較少的壓出物裂紋。這表明，對用戶來說加工可靠性得到改善，當使用本發明的建築材料組合物時，出現第一個
- 10 裂紋的時間明顯延長。

雖然前面以舉例方式對本發明作了詳細敘述，但是應明確，這只不過只為敘述而已，而本領域熟練技術人員在不偏離本發明申請專利範圍限定的精神實質和範圍的情況下，可以作出種種改變。

四、中文發明摘要(發明之名稱： 建築材料組合物)

本案描述一種建築材料組合物，由微粒狀材料製得，所述微粒狀材料選自微粒狀多糖和微粒狀多糖衍生物。此建築材料組合物的微粒狀材料由包括下列步驟的方法製得：(a) 製成一種進料組合物，包含選自多糖或多糖衍生物的成份和水；(b) 在磨機中以氣流與進料組合物接觸，使所述成份轉變為固態微細顆粒狀材料；(c) 從氣流中把微粒狀材料分離出來；(d) 還可以將此微粒材料進行乾燥。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

英文發明摘要(發明之名稱： Building material compositions)

Described is a building material composition prepared from or having added thereto a particulate material selected from particulate polysaccharides or particulate polysaccharide derivatives. The particulate material of the building material composition is prepared by a method comprising: (a) forming a feed composition comprising a member selected from the group consisting of polysaccharides and polysaccharide derivatives, and 35 wt. % to 99 wt. % of water, based on the total weight of the feed composition, wherein said member is at least one of swelled and dissolved in the feed composition; (b) contacting, in a mill, the feed composition with a gas stream, thereby converting simultaneously the water of said feed composition into water vapor, and said member of said feed composition into a solid state form of finely particulate material; (c) separating the particulate material from the gas stream; and (d) optionally drying the particulate material. Examples of building material compositions according to the present invention include tile adhesives and joint fillers.

訂

線

修正

本93年2月5日

六、申請專利範圍

專利申請案第 90105657 號
 ROC Patent Appln. No. 90105657
 修正之申請專利範圍中文本 — 附件(一)
Amended Claims in Chinese — Encl.(I)

5

(民國 93 年 2 月 5 日送呈)

(Submitted on February 5, 2004)

1. 一種建築材料組合物，由選自含 0.001 至 5 重量%之微粒狀多糖和微粒狀多糖衍生物的微粒狀材料製備，以總乾重計，其中所述微粒狀材料由包括下列步驟的方法製得：

(a)製成一種進料組合物，包含選自多糖和多糖衍生物的成份，和以進料組合物總重量計 35%~99%的水，其中所述成份是在進料組合物中已溶脹或已溶解的至少一種；

(b)在磨機中以含有蒸汽量為 40 重量%至 99 重量%之過熱氣流與進料組合物接觸，由此將該進料組合物的水同時轉變為水蒸汽，而該進料組合物中的所述成份便轉變為固態微細顆粒狀材料；

(c)從氣流中把微粒狀材料分離出來；

(d)視需要可以將此微粒材料進行乾燥。

2. 根據申請專利範圍 1 的建築材料組合物，其中該進料組合物含有的水以進料組合物總重量計為 50%~80%；所述磨機是高轉速氣流衝擊磨；而所述氣流是過熱水蒸汽流，含有選自水蒸汽與惰性氣體、和水蒸汽與空氣的混合物，該過熱水蒸汽流的水蒸汽含量，以過熱水蒸汽流總重計佔 40%~99%。

六、申請專利範圍

3. 根據申請專利範圍第 1 項的建築材料組合物，其中該多糖衍生物選自多糖酯、多糖醚以及它們的混合物。
4. 根據申請專利範圍第 3 項的建築材料組合物，其中多糖醚選自纖維素醚、澱粉醚、瓜耳膠醚以及它們的混合物。
5. 根據申請專利範圍第 3 項的建築材料組合物，其中多糖酯選自纖維素酯、澱粉酯以及它們的混合物。
6. 根據申請專利範圍第 1 項的建築材料組合物，其中該建築材料組合物選自手工用或機械用的抹牆底料、磚瓦粘合劑、地板抹平組合物、嵌縫填料、灰泥、噴漿混凝土組合物、整平板、水泥或石灰/砂石壓出物、填料組合物或刷牆粉、矽酸鹽漆、礦物漆及乳膠漆。
7. 根據申請專利範圍第 1 項的建築材料組合物，其中所述微粒材料中，各自以微粒總重量計，粒度小於 15 微米的微粒含量少於 5%、粒度小於 10 微米的微粒含量少於 2%、粒度小於 5 微米的微粒含量少於 1%。
8. 根據申請專利範圍第 1 項的建築材料組合物，其中所述成份在該進料組合物中的總含量，以進料組合物總重量計為 1%~65%。
9. 根據申請專利範圍第 2 項的建築材料組合物，其中所述成份在該進料組合物中的總含量，以進料組合物的總重量計佔 20%~50%。