

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 8009/98

(51) Int.Cl.⁷ : C04B 24/38

(22) Anmeldetag: 18. 7.1997

C12P 19/04

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 6.1999

(45) Ausgabetag: 25. 1.2000

(56) Entgegenhaltungen:

EP 204358A2 EP 507419A1 EP 505096A2

(73) Patentinhaber:

CEMENT INTELLECTUAL PROPERTY LTD.
HM 12 HAMILTON (BM).

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES FLÜSSIGEN ZUSATZMITTELS AUF DER BASIS VON WASSERLÖSLICHEN,
FEINKÖRNIGEN POLYSACCHARIDEN, WIE Z.B. MIKROBIELLEN ODER PFLANZLICHEN BIOPOLYMEREN
UND/ODER CELLULOSEDERIVATEN

(57) In einem Verfahren zur Herstellung eines flüssigen Zusatzmittels auf der Basis von wasserlöslichen Polysacchariden, wie z.B. mikrobiellen oder pflanzlichen Biopolymern und/oder Cellulosederivaten, werden wasserlösliche Polysaccharide, wie z.B. mikrobielle oder pflanzliche Biopolymeren und/oder Cellulosederivate, als feinkörnige Trockenpulver in einer wäßrigen Lösung dissoziierbarer Salze hoher Konzentration, insbesondere einer lytopen Salzlösung, dispergiert.

B

AT 406 047

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung eines flüssigen Zusatzmittels auf der Basis von wasserlöslichen Polysacchariden, wie z.B. mikrobiellen oder pflanzlichen Biopolymeren und/oder Cellulosederivaten, zur Verbesserung der rheologischen Eigenschaften von Bindemittelsuspensionen.

Wasserlösliche Polysaccharide, wie beispielsweise mikrobielle Biopolymere, werden im Zusammen-

5hang mit der Verbesserung der Homogenität von Betonzubereitungen vorgeschlagen. Gumme, wie z.B. Gummi Arabicum, Gellan Gum (z.B. Welan Gum) oder allgemein Glykane, wie z.B. Stärke-Derivate, Cellulose-Derivate (wie z. B. Celluloseether), Dextrans, Glucane, Pektine, Mannane, Galactane, bzw. Heteropolysaccharide auf der Basis von Arabinose, Galactose, Glucuronsäure, Mannose, Rhamnose oder Xylose zeichnen sich meist durch eine hohe Hydratationsgeschwindigkeit aus und können daher zu einer
10 relativ hohen und spontanen Wasseraufnahme unter Aufbau einer sehr hohen Viskosität bei Konzentrationen schon um 1 Gew.% führen. Für den Transport derartiger viskoser Hydrokolloide mit pseudoplastischen Eigenschaften lassen sich gewöhnlich nur niedrig-konzentrierte Lösungen in Wasser herstellen. Es wird daher immer ein sehr hoher Wasseranteil mittransportiert, da die Grenzkonzentration für gut-pumpbare
wäßrige Hydrokolloide für Bindemittel-Suspensionen im allgemeinen bei ca. 2 bis 3 Gew.% liegt.

15 Der Einsatz derartiger wasserlöslicher Polysaccharide in wäßrigen Bindemittelsystemen erfolgt in erster Linie als Hydrokolloid, häufig gemeinsam mit Superverflüssigern, wie beispielsweise hochmolekularen Sulfonat-Derivaten. Die starke rheologische Beeinflussung von wäßrigen Bindemittelsuspensionen durch wasserlösliche Polysaccharide erfordert zur Verbesserung der Verarbeitbarkeit gleichzeitig relativ hohe Mengen weiterer Zusätze, insbesondere von Hochleistungsverflüssigern, wie z.B. Formaldehydkondensaten
20 von sulfonierte Naphthalin, sulfonierte Melamin oder modifizierte Ligninsulfonaten sowie deren Derivate und/oder Gemischen dieser oder ähnlicher Zusätze, wie z.B. Abbindeverzögerer, Abbindebeschleuniger, Schrumpfungskompensatoren.

Aufgrund der hohen und raschen Wasseraufnahme neigen feinkörnige Trockenpulver der Polysaccharide beim unkontrollierten Vermischen mit Wasser zur Klumpenbildung sowie bei geringen Zusatzmengen
25 und kurzen Mischzeiten zur inhomogenen Verteilung in wäßrigen Systemen.

- In der EP 505 096 B1 ist ein Verfahren, mit welchem z. B. Welan Gum mit erhöhter Hydratationsgeschwindigkeit hergestellt werden kann, beschrieben.

Die erhöhte Hydratationsgeschwindigkeit führt nach den Angaben der EP 505 096 B1 einerseits dazu, daß derartige Polysaccharide zwar vorteilhaft als Feststoff mit trockenem Zement vermischt werden können,
30 worauf erst in der späteren Folge Wasser zugegeben wird. Die Herstellung von lagerfähigen homogenen Trockenmischungen mit feinkörnigen Polysacchariden in Feststoffpulvern ist nicht unproblematisch und führt gerade bei hoher Hydratationsgeschwindigkeit dazu, daß eine Klumpenbildung nicht ausgeschlossen werden kann. Schwierigkeiten bei der exakten Dosierung und homogenen Verteilung von schnell hydratisierenden Polysacchariden sind insbesondere bei niedrigen Polysaccharid-Konzentrationen bzw. -Zusatzmengen
35 unter 0,1 Gew.% zu erwarten, wie sie in wäßrigen Bindemittelsuspensionen üblich sein können.

Die Erfindung zielt nun darauf ab, eine vorteilhaftere und geeignete Zusatzform von wasserlöslichen Polysacchariden herzustellen, mit welcher es gelingt, ohne die Gefahr einer Klumpenbildung eine exaktere und reproduzierbarere Dosierung bei der Zubereitung von Bindemittel-Suspensionen zu gewährleisten und gleichzeitig sicherzustellen, daß die wasserlöslichen Polysaccharide sehr schnell homogen verteilt werden.
40 Zur Lösung dieser Aufgabe besteht das erfindungsgemäße Verfahren im wesentlich darin, daß wasserlösliche Polysaccharide als feinkörnige Trockenpulver in einer wäßrigen Lösung dissoziierbarer Salze hoher Konzentration, insbesondere einer lytropen Salzlösung, dispergiert werden. Mit Vorteil werden dabei Alkalibzw. Erdalkalisalze von Superverflüssigern und/oder Wasserreduktionsmitteln unter starkem Rühren gelöst, wobei der Mindestsalzgehalt (in Abhängigkeit von der Art der Ionen) in der wäßrigen Lösung in vorteilhafter Weise 20 Gew.% beträgt. Mit dieser Maßnahme wird der vorteilhafte Effekt der "Hofmeisterschen lytropen Reihe" ausgenutzt. Für die Herstellung derartiger kolloidalen Dispersionen bzw. Suspensionen der Polysaccharide werden die "lösemittel-entziehenden" Eigenschaften der Ionen der dissoziierbaren Salze und Superverflüssiger, beispielsweise der Na⁺- bzw. Ca⁺⁺- und der Sulfonationen dazu benutzt, um nahezu das gesamte "freie Wasser" durch Hydratation der Ionen zu blockieren. Gleichzeitig treten die Ionen in
45 Wechselwirkung mit den polaren Gruppen der Polysaccharide.

Das zu derartig hochkonzentrierten Salzlösungen zugegebene an sich wasserlösliche Polysaccharid kann daher nicht mehr gelöst, sondern nur noch angequollen und homogen dispergiert werden. Die zu erwartende Ausbildung eines hochviskosen und nichtpumpbaren Gels bei gleichzeitig hoher Polysaccharidkonzentration findet nicht mehr statt. Es wird überraschenderweise eine noch gut-pumpbare leicht-bewegliche Flüssigkeit selbst bei Konzentrationen des wasserlöslichen Polysaccharides von 5 bis über 15 Gew.% in H₂O erzielt. Eine derartige flüssige Zubereitung von wasserlöslichen Polysacchariden in hochkonzentrierten Salzlösungen hat mehrere technologische Vorteile: Wasserlösliche Polysaccharide lassen sich in der Folge wesentlich vorteilhafter dosieren und homogener in Bindemittelsuspensionen verteilen. Daß die
55

gleichzeitig in diese Lösung eingebrachten Ionen der Superverflüssiger o.ä. Beton-Zusatzmittel die Herstellung auch hochkonzentrierter Polysaccharid-Dispersionen ermöglichen, hat zur Folge, daß das Transportgewicht der Dispersionen und somit die Transportkosten sowie Kosten für Lagerbehälter und Vorratshaltung wesentlich verringert werden können.

- 5 Das erfindungsgemäße Herstellungsverfahren wird vorteilhaft so durchgeführt, daß verdünnte wäßrige Lösungen handelsüblicher Superverflüssiger und/oder Wasserreduktionsmittel und/oder anderer Betonzusatzmittel durch weiteren Zusatz von, testen Salzen bzw. Superverflüssigern unter Röhren aufkonzentriert werden und daß während des Rührvorganges Entschäumungsmittel in die Lösung aus Salzen bzw. Superverflüssigern eingebracht werden. Hierdurch wird der Anteil des "freien Wassers" in derartigen 10 Lösungen weiter stark verringert bzw. durch Ionen-Hydratation ganz zum Verschwinden gebracht.

Mit Vorteil wird hierbei so vorgegangen, daß die wäßrige Salzlösung aus komplexen Gemischen dissoziierbarer Salze von Abbinderegulatoren und/oder Verflüssigern und/oder Wasserreduktionsmitteln und/oder zusätzlichen Schrumpfungskompensatoren besteht, wobei vorzugsweise die lyotrope Salzlösung aus dissoziierbaren Alkali- und/oder Erdalkalosalzen und/oder Ammoniumsalzen und/oder Salzen organischer basischer Sauerstoff- und/oder Stickstoffverbindungen besteht. Bevorzugt können hierbei die Verflüssiger und Wasserreduktionsmittel aus Salzen von Formaldehydkondensaten der Melaminsulfonate und/oder Naphthalinsulfonate und/oder Ligninsulfonaten und/oder Acryl- und/oder Maleinsäureanhydrid-Copolymerisaten bestehen.

- Eine besonders vorteilhafte, flüssige Zubereitung läßt sich dadurch erzielen, daß feinkörnige, wasserlösliche Polysaccharid-Pulver direkt in Mengen von 1 bis 15 Gew.%, vorzugsweise 5 bis 10 Gew.%, in eine konzentrierte Salzlösung aus Superverflüssigern o.ä. Beton-Zusatzmitteln eingerührt werden. Die Korngröße der wasserlöslichen Polysaccharid-Pulver sollte dabei möglichst im Bereich von 5 bis 100 μm liegen, um optimale Stabilitäten der Polymer-Dispersion zu erzielen.

Derartige wasserlösliche Polysaccharid-Pulver können somit in relativ hohen Konzentrationen in Wasser dispergiert werden, wobei die für die angestrebten rheologischen Eigenschaften von Bindemittelsuspensionen erforderlichen Mengen an Superverflüssigern und/oder anderen Zusatzmitteln somit schon vorteilhaft mit dem gleichen Zusatz in einen Beton oder Mörtel eingebracht werden können. Mit Vorteil wird hierbei so vorgegangen, daß die wäßrigen lyotropen Salzlösungen aus Superverflüssigersalzen durch weiteren Zusatz von festen Superverflüssigersalzen unter Röhren auf eine Konzentration nahe ihrer Sättigungskonzentration 30 gebracht werden.

Insgesamt führen Polysaccharid-Verflüssiger-Gemische zu einer wesentlichen technologischen Verbesserung in der Verarbeitbarkeit und in den rheologischen Eigenschaften von Bindemittelsuspensionen. Probleme, wie sie bei einer fehlenden Synchronisierung zwischen der Vorhydratisierung von wasserlöslichen Polysacchariden und den Bindemitteln auftreten würden, lassen sich durch die erfindungsgemäße 35 Zubereitungsform vermeiden.

Besonders vorteilhaft für das erfindungsgemäße Verfahren ist auch die Verwendung von Entschäumern. Mit Hilfe dieser Produkte können zum einen bei der Herstellung der wäßrigen Suspensionen der wasserlöslichen Polysaccharide die einem Polymerpulver anhaftenden Luftbläschen nahezu beseitigt und zum anderen homogene, hochkonzentrierte nicht-schäumende Lösungen von Superverflüssigern und/oder anderen Betonzusatzmitteln mit wasserlöslichen Polysacchariden, insbesondere Biopolymeren und/oder Cellulosesederivaten, durch Röhren hergestellt werden.

Eine typische Zubereitung des erfindungsgemäßen flüssigen Zusatzmittels erfolgt mit Vorteil so, daß eine mit feinkörnigen Biopolymer- oder Cellulosesederivat-Pulvern versetzte hochkonzentrierte Salzlösung wenigstens 15 min, vorzugsweise etwa 30 min, nach dem Zusatz der letzten Teilmenge an Biopolymeren und/oder Cellulosesederivaten noch weitergerührt wird und der nach dem Ende des Röhrens entstehende Schaum mit einer zusätzlichen Menge von weniger als 0,5 Gew.% Entschäumer zerstört wird, wodurch letztendlich eine stabile, homogene, hochkonzentrierte Polysacchariddispersion erzielt werden kann.

In besonders vorteilhafter Weise wird hierbei so vorgegangen, daß zuerst eine wäßrige Salzlösung aus handelsüblichen Superverflüssigern und/oder anderen Zusatzmitteln, wie z. B. Abbinderegulatoren und/oder Schrumpfkompensatoren, auf einen Salzgehalt von 20 bis 60 Gew.%, vorzugsweise 40 bis 45 Gew.%, unter Zusatz von 0,01 bis 0,5 Gew.% Entschäumer gebracht wird. Danach werden bevorzugt 5 bis 8 Gew.% wasserlösliches Polysaccharid-Pulver in die wäßrige Salzlösung gegeben, wobei vorzugsweise die Salzlösung 15 min gerührt wird, und der weitere portionsweise Zusatz von wasserlöslichem Polysaccharid-Pulver unter wenigstens 30-minütigem Röhren erfolgt. Nach dem Ruhen der Dispersion von mindestens weiteren 55 30 min, vorzugsweise etwa 60 min, werden noch abschließend 0,01 bis 0,5 Gew.% Entschäumer (bezogen auf das Gewicht der Lösung) eingerührt.

Zusammenfassend wird hier beispielhaft für die Herstellung eines typischen Betonverflüssigers zur Verbesserung der Homogenität von Bindemittelsuspensionen vorgeschlagen, feinkörnige Biopolymer-

und/oder Cellulosederivat-Pulver in eine wäßrige hochkonzentrierte Salzlösung aus dissoziierbaren Verflüssigern auf der Basis von Formaldehydkondensaten von Melaminsulfonat und/oder Naphthalinsulfonat und/oder Ligninsulfonaten und/oder Acryl- und/oder Maleinsäureanhydrid-Copolymerisaten unter Röhren einzubringen, wobei der Mindestgehalt aller dissoziierbaren Verflüssigerkomponenten in der wäßrigen Lösung 20 Gew.% beträgt. Feinkörnige Biopolymer- oder Cellulosederivat-Pulver können in Mengen von 1 bis 15 Gew.% in derartige Lösungen von Superverflüssigern eingerührt werden, wobei eine stabile, noch leichtbewegliche und verpumpbare Suspension gebildet wird.

Die erfindungsgemäßen flüssigen Zusatzmittel eignen sich dabei bevorzugt für Bindemittelsuspensionen auf der Basis von Zement (Beton, Mörtel), Gips und/oder anderen hydraulischen Bindemitteln in Wasser, ggf. mit Zuschlagstoffen oder Zusatzstoffen, wobei mit Vorteil das hieraus resultierende flüssige Zusatzmittel für die Verbesserung in der Verarbeitbarkeit und der rheologischen Eigenschaften von Bindemittelsuspensionen eingesetzt wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines flüssigen Zusatzmittels auf der Basis von wasserlöslichen Polysacchariden, wie z.B. mikrobiellen oder pflanzlichen Biopolymern und/oder Cellulosederivaten, insbesondere für die Verbesserung der Verarbeitbarkeit und/oder der rheologischen Eigenschaften von Bindemittelsuspensionen, **dadurch gekennzeichnet**, daß wasserlösliche Polysaccharide, wie z.B. mikrobielle oder pflanzliche Biopolymere und/oder Cellulosederivate, als feinkörnige Trockenpulver in einer wäßrigen Lösung dissoziierbarer Salze hoher Konzentration, insbesondere einer lyotropen Salzlösung, dispergiert werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die hochkonzentrierte wäßrige Salzlösung aus dissoziierbaren Ammonium- und/oder Alkali- und/oder Erdalkalosalzen von Abbinderegulatoren und/oder Superverflüssigern und/oder Wasserreduktionsmitteln besteht.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Mindestmenge an dissoziierbaren und insbesondere lyotropen Salzen in der Polymer-Dispersion 20 Gew.% beträgt.
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Korngröße der wasserlöslichen Polysaccharid-Pulver im Bereich von 5 bis 100 µm liegt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß die wäßrige Salzlösung aus komplexen Gemischen dissoziierbarer Salze von Abbinderegulatoren und/oder Verflüssigern und/oder Wasserreduktionsmitteln und/oder zusätzlichen Schrumpfungskompensatoren besteht.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß die lyotrope Salzlösung aus dissoziierbaren Alkali- und/oder Erdalkalosalzen und/oder Ammoniumsalzen und/oder Salzen organischer basischer Sauerstoff- und/oder Stickstoffverbindungen besteht.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Verflüssiger und Wasserreduktionsmittel aus Salzen von Formaldehydkondensaten der Melaininsulfonate und/oder Naphthalinsulfonate und/oder Ligninsulfonaten und/oder Acryl- und/oder Maleinsäureanhydrid-Copolymerisaten bestehen.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß die wäßrigen lyotropen Salzlösungen aus Superverflüssigersalzen durch weiteren Zusatz von festen Superverflüssigersalzen unter Röhren auf eine Konzentration nahe ihrer Sättigungskonzentration gebracht werden.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß Entschäumungsmittel in die lyotrope Salzlösung aus Superverflüssigern und/oder anderen Zusatzmitteln eingebracht werden.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß feinkörnige, wasserlösliche Polysaccharide, wie z.B. mikrobielle oder pflanzliche Biopolymere und/oder Cellulosederivat-Pulver in Mengen von 1 bis 15 Gew.%, vorzugsweise 5 bis 10 Gew.%, in eine lyotrope Salzlösung aus Superverflüssigern und/oder anderen Zusatzmitteln eingerührt werden.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, daß die mit feinkörnigen wasserlöslichen Polysacchariden, wie z.B. mikrobiellen oder pflanzlichen Biopolymeren und/oder Cellulosederivat-Pulver, versetzte lyotrope Salzlösung wenigstens 15 min, vorzugsweise etwa 30 min, nach dem Zusatz der letzten Teilmenge der Polysaccharide, wie z.B. mikrobieller oder pflanzlicher Biopolymerer und/oder Cellulosederivate-Pulver, weitergerührt wird und der nach dem Ende des Rührens entstehende Schaum mit einer Menge von weniger als 0,5 Gew.% Entschäumer zerstört wird.
- 5
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, daß zuerst eine wäßrige Salzlösung aus handelsüblichen Superverflüssigern und/oder anderen Zusatzmitteln, wie z.B. Abbinde-regulatoren und/oder Schrumpfkompensatoren, auf einen Salzgehalt vom 20 bis 60 Gew.%, vorzugs-weise 40 bis 45 Gew.%, unter Zusatz von 0,01 bis 0,5 Gew.% Entschäumer gebracht wird.
- 10
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, **dadurch gekennzeichnet**, daß 0,01 bis 0,5 Gew.% Entschäumer in eine lyotrope Salzlösung eingerührt werden, bevor feinkörnige, wasserlösliche Polysac-charide, wie z.B. mikrobielle oder pflanzliche Biopolymere und/oder Cellulosederivat-Pulver, zugegeben werden.
- 15
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, **dadurch gekennzeichnet**, daß die lyotrope Salzlösung der Superverflüssiger und/oder anderer Zusatzmittel wenigstens 15 min gerührt wird und daß der nachfolgende Zusatz von feinkörnigen, wasserlöslichen Polysacchariden, wie z.B. mikrobiellen oder pflanzlichen Biopolymeren und/oder Cellulosederivat-Pulvern, unter wenigstens 30-minütigem Rühren erfolgt und daß nach einem Ruhen der Lösung über wenigstens weitere 30 min, insbesondere etwa 60 min, 0,01 bis 0,5 Gew.% Entschäumer zugesetzt werden.
- 20
- 25 15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Bindemittelsuspen-sionen auf der Basis von Zement (Beton, Mörtel), Gips und/oder anderen hydraulischen Bindemitteln in Wasser ggf. mit Zuschlagstoffen oder Zusatzstoffen aufgebaut sind.

30

35

40

45

50

55



AT 406048B

Batch : N0001325

Date : 13/01/2000

Number of pages : 6

Previous document : AT 406047B

Next document : AT 406049B



(19)

Republik
Österreich
Patentamt

(11) Nummer:

AT 406 048 B

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 8010/98

(51) Int.CI.⁷ : C04B 24/38
C12P 19/04

(22) Anmelddetag: 18. 7.1997

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 6.1999

(45) Ausgabetag: 25. 1.2000

(56) Entgegenhaltungen:

EP 204358A2 EP 507419A1 EP 505096A2

(73) Patentinhaber:

CEMENT INTELLECTUAL PROPERTY LTD.
HM 12 HAMILTON (BH).

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES FLÜSSIGEN ZUSATZMITTELS AUF DER BASIS VON WASSERLÖSLICHEN WELAN GUM

(57) In einem Verfahren zur Herstellung eines flüssigen Zusatzmittels auf der Basis von wasserlöslichem Welan Gum- Pulver wird wasserlösliches Welan Gum als Trockenpulver in einer wäßrigen Lösung dissoziierbarer Salze hoher Konzentration, insbesondere einer hydroskopischen Salzlösung, dispergiert.

B

AT 406 048

Salzlösungen hat mehrere technologische Vorteile: wasserlösliches Welan Gum läßt sich in der Folge wesentlich vorteilhafter dosieren und homogener in Bindemittelsuspensionen verteilen. Daß die gleichzeitig in diese Lösung eingebrachten Ionen der Superverflüssiger o.ä. Beton-Zusatzmittel die Herstellung auch hochkonzentrierter Welan Gum-Dispersionen ermöglichen, hat zur Folge, daß das Transportgewicht der

- 5 Gum-Dispersionen und somit die Transportkosten sowie Kosten für Lagerbehälter und Vorratshaltung wesentlich verringert werden können.

Das erfindungsgemäße Herstellungsverfahren wird vorteilhaft so durchgeführt, daß verdünnte wäßrige Lösungen handelsüblicher Superverflüssiger und/oder Wasserreduktionsmittel und/oder anderer Betonzusatzmittel durch weiteren Zusatz von festen Salzen bzw. Superverflüssigern unter Röhren aufkonzentriert 10 werden und daß während des Rührvorganges Entschäumungsmittel in die Lösung aus Salzen bzw. Superverflüssigern eingebracht werden. Hierdurch wird der Anteil des "freien Wassers" in derartigen Lösungen weiter stark verringert bzw. durch Ionen-Hydratation ganz zum Verschwinden gebracht.

Mit Vorteil wird hierbei so vorgegangen, daß die wäßrige Salzlösung aus komplexen Gemischen dissoziierbarer Salze von Abbinderegulatoren und/oder Verflüssigern und/oder Wasserreduktionsmitteln

- 15 und/oder zusätzlichen Schrumpfungskompensatoren besteht, wobei vorzugsweise die lyotrope Salzlösung aus dissoziierbaren Alkali- und/oder Erdalkalosalzen, Ammoniumsalzen und/oder Salzen organischer basischer Sauerstoff- und/oder Stickstoffverbindungen besteht. Bevorzugt können hierbei die Verflüssiger und Wasserreduktionsmittel aus Salzen von Formaldehydkondensaten der Melaminsulfonate und/oder Naphthalinsulfonate und/oder Ligninsulfonaten und/oder Acryl- und/oder Maleinsäureanhydrid-Copolymerisaten bestehen.

Eine besonders vorteilhafte, flüssige Zubereitung läßt sich dadurch erzielen, daß feinkörniges, wasserlösliches Welan Gum-Pulver direkt in Mengen von 1 bis 15 Gew.%, vorzugsweise 5 bis 10 Gew.%, in eine konzentrierte Salzlösung aus Superverflüssigern o.ä. Beton-Zusatzmitteln eingerührt wird. Die Korngröße des wasserlöslichen Welan Gums sollte dabei möglichst im Bereich von 5 bis 100 µm liegen, um eine optimale Stabilität der Welan Gum-Dispersion zu erzielen. Derartiges wasserlösliches Welan Gum-Pulver kann somit in relativ hohen Konzentrationen in Wasser dispergiert werden, wobei die für die angestrebten rheologischen Eigenschaften von Bindemittelsuspensionen erforderlichen Mengen an Superverflüssigern und/oder anderen Zusatzmitteln somit schon vorteilhaft mit dem gleichen Zusatz in einen Beton oder Mörtel 25 eingebracht werden können. Mit Vorteil wird hierbei so vorgegangen, daß die wäßrigen lytropen Salzlösungen aus Superverflüssigersalzen durch weiteren Zusatz von festen Superverflüssigersalzen unter Röhren 30 auf eine Konzentration nahe ihrer Sättigungskonzentration gebracht werden.

Insgesamt führen z.B. Welan Gum-Superverflüssigergemische zu einer wesentlichen technologischen Verbesserung in der Verarbeitbarkeit und in den rheologischen Eigenschaften von Bindemittelsuspensionen. Probleme, wie sie bei einer fehlenden Synchronisierung zwischen der Vorhydratisierung von wasserlöslichem Welan Gum und den Bindemitteln auftreten würden, lassen sich durch die erfindungsgemäße Zubereitungsform vermeiden.

Besonders vorteilhaft für das erfindungsgemäße Verfahren ist auch die Verwendung von Entschäumern. Mit Hilfe dieser Produkte können zum einen bei der Herstellung der wäßrigen Suspensionen des wasserlöslichen Welan Gums die einem Polymerpulver anhaftenden Luftbläschen nahezu beseitigt und zum anderen 35 homogene, hochkonzentrierte nicht-schäumende Lösungen von Superverflüssigern und/oder anderen Betonzusatzmitteln mit wasserlöslichem Welan Gum durch Röhren hergestellt werden.

Eine typische Zubereitung des erfindungsgemäßen flüssigen Zusatzmittels erfolgt mit Vorteil so, daß eine mit feinkörnigem Welan Gum-Pulver versetzte hochkonzentrierte Salzlösung wenigstens 15 min, vorzugsweise etwa 30 min, nach dem Zusatz der letzten Teilmenge an Welan Gum noch weitergerührt wird

- 40 und der nach dem Ende des Röhrens entstehende Schaum mit einer zusätzlichen Menge von weniger als 0,5 Gew.% Entschäumer zerstört wird, wodurch letztendlich eine stabile, homogene, hochkonzentrierte Biopolymerdispersion erzielt werden kann.
- 45 In besonders vorteilhafter Weise wird hierbei so vorgegangen, daß zuerst eine wäßrige Salzlösung aus handelsüblichen Superverflüssigern und/oder anderen Zusatzmitteln, wie z. B. Abbinderegulatoren und/oder Schrumpfkompen-

satoren, auf einen Salzgehalt von 20 bis 60 Gew.%, vorzugsweise 40 bis 45 Gew.%, unter Zusatz von 0,01 bis 0,5 Gew.% Entschäumer gebracht wird. Danach werden bevorzugt 5 bis 8 Gew.% wasserlöslichen Welan Gum-Pulvers in die wäßrige Salzlösung gegeben, wobei vorzugsweise die Salzlösung 15 min gerührt wird, und der weitere portionsweise Zusatz von Welan Gum-Pulver unter wenigstens 30-minütigem Röhren erfolgt. Nach dem Ruhen der Dispersion von mindestens weiteren 30 min, vorzugsweise etwa 60 min, werden noch abschließend 0,01 bis 0,5 Gew.% Entschäumer (bezogen auf das Gewicht

50 der Lösung) eingerührt.

Zusammenfassend wird hier beispielhaft für die Herstellung eines typischen Betonverflüssigers zur Verbesserung der Homogenität von Bindemittelsuspensionen auf der Basis von Welan Gum vorgeschlagen,

AT 406 048 B

nach dem Ende des Rührens entstehende Schaum mit einer Menge von weniger als 0,5 Gew.% Entschäumer zerstört wird.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, daß zuerst eine wäßrige Salzlösung aus handelsüblichen Superverflüssigern und/oder anderen Zusatzmitteln, wie z.B. Abbinderegulatoren und/oder Schrumpfkompensatoren, auf einen Salzgehalt vom 20 bis 60 Gew.-%, vorzugsweise 40 bis 45 Gew.-%, unter Zusatz von 0,01 bis 0,5 Gew.-% Entschäumer gebracht wird.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, **dadurch gekennzeichnet**, daß 0,01 bis 0,5 Gew.% Entschäumer in eine lyotrope Salzlösung eingerührt werden, bevor feinkörniges, wasserlösliches Welan Gum-Pulver zugegeben wird.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, **dadurch gekennzeichnet**, daß die lyotrope Salzlösung der Superverflüssiger und/oder anderer Zusatzmittel wenigstens 15 min gerührt wird und daß der nachfolgende Zusatz von feinkörnigem wasserlöslichem Welan Gum-Pulver unter wenigstens 30-minütigem Rühren erfolgt und daß nach einem Ruhens der Lösung über wenigstens weitere 30 mm, insbesondere etwa 60 min, 0,01 bis 0,5 Gew.% Entschäumer zugesetzt werden.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Bindemittelsuspensionen auf der Basis von Zement (Beton, Mörtel), Gips und/oder anderen hydraulischen Bindemitteln in Wasser ggf. mit Zuschlagstoffen oder Zusatzstoffen aufgebaut sind.

25

30

35

40

45

50

55