

(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2007-534608

(P2007-534608A)

(43) 公表日 平成19年11月29日(2007.11.29)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>CO4B 24/38 (2006.01)</b>	CO4B 24/38	C 4G112
<b>CO4B 28/02 (2006.01)</b>	CO4B 28/02	
<b>CO4B 24/32 (2006.01)</b>	CO4B 24/32	A
<b>CO4B 24/26 (2006.01)</b>	CO4B 24/26	D
<b>EO4F 13/02 (2006.01)</b>	EO4F 13/02	A

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 25 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2007-510899 (P2007-510899)	(71) 出願人	591020249 ハーキュリーズ・インコーポレーテッド HERCULES INCORPORATED アメリカ合衆国デラウェア州19894-0001, ウィルミントン, ノース・マーケット・ストリート 1313 ハーキュリーズ・プラザ
(86) (22) 出願日	平成17年4月26日 (2005.4.26)	(74) 代理人	100089705 弁理士 社本 一夫
(85) 翻訳文提出日	平成18年12月27日 (2006.12.27)	(74) 代理人	100140109 弁理士 小野 新次郎
(86) 国際出願番号	PCT/US2005/014320	(74) 代理人	100075270 弁理士 小林 泰
(87) 国際公開番号	W02005/105702		
(87) 国際公開日	平成17年11月10日 (2005.11.10)		
(31) 優先権主張番号	60/565, 643		
(32) 優先日	平成16年4月27日 (2004.4.27)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 未加工コットンリンターから製造された水分保持剤を用いたセメントシステム

## (57) 【要約】

硬練りセメントモルタル組成物で用いられる、未加工コットンリンターから製造されたセルロースエーテルと少なくとも1種の添加剤との混合物の組成物であって、本タイル硬練りセメントモルタル組成物中のセルロースエーテルの量は、有意に低減されている。この硬練りセメントモルタル組成物を水と混合し、基材に塗布すると、この軟練りモルタルの保水性、増粘の挙動および/または垂れ下り抵抗は、従来の類似のセルロースエーテルを用いた場合と同等であるか、または、それに比べて改善されている。

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

硬練りセメントモルタルに使用するための混合組成物であって、

a) 20 ~ 99.9 重量%の量の、未加工コットンリンターから製造されたアルキルヒドロキシアシルセルロース、ヒドロキシアシルセルロース、および、それらの混合物からなる群より選択されるセルロースエーテル、および、

b) 0.1 ~ 80 重量%の量の、有機性または無機性の増粘剤、垂れ防止剤、空気連行剤、湿潤剤、消泡剤、流動化剤、分散剤、カルシウム錯化剤、遅延剤、促進剤、撥水剤、再分散性粉末、バイオポリマーおよび繊維からなる群より選択される少なくとも1種の添加剤、

を含み、ここで、該混合組成物をレンガ用セメントモルタル配合物に用いて、十分な量の水と混合すると、該配合物は、基材に塗布することができるレンガ用モルタルまたは薄い目地モルタルを生成し、ここで、該モルタル中の混合物の量は有意に低減されており、同時に、該軟練りモルタルの保水性、増粘の挙動および/または垂れ下り抵抗は、従来の類似のセルロースエーテルを用いた場合と比べて改善されているか、またはそれと同等である、上記混合組成物。

10

## 【請求項 2】

前記アルキルヒドロキシアシルセルロースのアルキル基は、1 ~ 24 個の炭素原子を有し、ヒドロキシアシル基は、2 ~ 4 個の炭素原子を有する、請求項 1 に記載の混合組成物。

20

## 【請求項 3】

前記セルロースエーテルは、メチルヒドロキシエチルセルロース (MHEC)、メチルヒドロキシプロピルセルロース (MHPC)、ヒドロキシエチルセルロース (HEC)、エチルヒドロキシエチルセルロース (EHEC)、メチルエチルヒドロキシエチルセルロース (MEHEC)、疎水化修飾したエチルヒドロキシエチルセルロース (HMEHEC)、疎水化修飾したヒドロキシエチルセルロース (HMH EC)、および、それらの混合物からなる群より選択される、請求項 1 に記載の混合組成物。

## 【請求項 4】

前記混合物は、メチルセルロース (MC)、メチルヒドロキシエチルセルロース (MHEC)、メチルヒドロキシプロピルセルロース (MHPC)、ヒドロキシエチルセルロース (HEC)、エチルヒドロキシエチルセルロース (EHEC)、疎水化修飾したヒドロキシエチルセルロース (HMEHEC)、疎水化修飾したエチルヒドロキシエチルセルロース (HMEHEC)、メチルエチルヒドロキシエチルセルロース (MEHEC)、スルホエチルメチルヒドロキシエチルセルロース (SEMHEC)、スルホエチルメチルヒドロキシプロピルセルロース (SEMHP C)、および、スルホエチルヒドロキシエチルセルロース (SEHEC) からなる群より選択される1種またはそれ以上の従来のセルロースエーテルをさらに含む、請求項 1 に記載の混合組成物。

30

## 【請求項 5】

前記セルロースエーテルの量は、70 ~ 99 重量%である、請求項 1 に記載の混合組成物。

40

## 【請求項 6】

前記少なくとも1種の添加剤の量は、0.5 ~ 30 重量%である、請求項 1 に記載の混合組成物。

## 【請求項 7】

前記少なくとも1種の添加剤は、多糖類からなる群より選択される有機性の増粘剤である、請求項 1 に記載の混合組成物。

## 【請求項 8】

前記多糖類は、スターチエーテル、スターチ、グアール/グアール誘導体、デキストラン、キチン、キトサン、キシラン、キサントガム、ウエランガム、ジェランガム、マンナン、ガラクトン、グルカン、アラビノキシラン、アルギナート、および、セルロース繊

50

維からなる群より選択される、請求項 7 に記載の混合組成物。

【請求項 9】

前記少なくとも 1 種の添加剤は、アクリルアミドのホモまたはコポリマー、ゼラチン、ポリエチレングリコール、カゼイン、リグニンスルホン酸塩、ナフタレンスルホン酸塩、スルホン化メラミン - ホルムアルデヒド縮合体、スルホン化ナフタレン - ホルムアルデヒド縮合体、ポリアクリル酸塩、ポリカルボキシレート エーテル、ポリスチレンスルホン酸塩、リン酸塩、ホスホン酸塩、1 ~ 4 個の炭素原子を有する有機酸のカルシウム塩、アルカノートの塩、硫酸アルミニウム、金属アルミニウム、ベントナイト、モンモリロナイト、海泡石、ポリアミド繊維、ポリプロピレン繊維、ポリビニルアルコール、および、酢酸ビニル系のホモ、コまたはターポリマー、マレイン酸エステル、エチレン、スチレン、ブタジエン、ビニルパーサテート、および、アクリル単量体からなる群より選択される、請求項 1 に記載の混合組成物。

10

【請求項 10】

前記少なくとも 1 種の添加剤は、カルシウムキレート剤、フルーツ酸、および、表面活性物質からなる群より選択される、請求項 1 に記載の混合組成物。

【請求項 11】

前記モルタルで用いられる混合物の有意に低減された量は、少なくとも 5 % の低減である、請求項 1 に記載の混合組成物。

【請求項 12】

前記モルタルで用いられる混合物の有意に低減された量は、少なくとも 10 % の低減である、請求項 1 に記載の混合組成物。

20

【請求項 13】

前記混合組成物は、MHEC または MHP C、ならびに、アクリルアミドのホモまたはコポリマー、スターチエーテル、流動化剤およびそれらの混合物からなる群より選択される添加剤で構成される、請求項 4 に記載の混合組成物。

【請求項 14】

前記コポリアクリルアミドは、ポリ(アクリルアミド - コ - ナトリウム - アクリレート)、ポリ(アクリルアミド - コ - アクリル酸)、ポリ(アクリルアミド - コ - ナトリウム - アクリルアミドメチルプロパンスルホナート)、ポリ(アクリルアミド - コ - アクリルアミドメチルプロパンスルホン酸)、ポリ(アクリルアミド - コ - ジアリルジメチルアンモニウムクロライド)、ポリ(アクリルアミド - コ - (アクリロイルアミノ)プロピルトリメチルアンモニウムクロライド)、ポリ(アクリルアミド - コ - (アクリロイル)エチルトリメチルアンモニウムクロライド)、および、それらの混合物からなる群より選択される、請求項 13 に記載の混合組成物。

30

【請求項 15】

前記スターチエーテルは、ヒドロキシアルキルスターチ(ここで、該アルキル基は、1 ~ 4 個の炭素原子を有する)、カルボキシメチル化したスターチエーテル、および、それらの混合物からなる群より選択される、請求項 13 に記載の混合組成物。

【請求項 16】

前記流動化剤は、カゼイン、リグニンスルホン酸塩、ナフタレンスルホン酸塩、スルホン化メラミン - ホルムアルデヒド縮合体、スルホン化ナフタレン - ホルムアルデヒド縮合体、ポリアクリル酸塩、ポリカルボキシレートエーテル、ポリスチレンスルホン酸塩、および、それらの混合物からなる群より選択される、請求項 13 に記載の混合組成物。

40

【請求項 17】

H M H E C、および、ポリアクリルアミド、スターチエーテル、流動化剤、および、それらの混合物からなる群より選択される添加剤で構成される、請求項 4 に記載の混合組成物。

【請求項 18】

硬練りセメントモルタル組成物であって、水硬性セメント、細骨材原料、および、未加工コットンリントーから製造された少なくとも 1 種のセルロースエーテルである水分保持

50

剤を含み、ここで、該硬練りセメントモルタル組成物を十分な量の水と混合すると、該硬練りモルタル組成物は、基材に塗布できる軟練りレンガ用モルタルまたは薄い目地モルタルを生成し、ここで、該レンガ用モルタルまたは薄い目地モルタル中のセルロースエーテルの量は有意に低減されており、同時に、該軟練りモルタルの保水性、増粘の挙動および/または垂れ下り抵抗は、従来の類似のセルロースエーテルを用いた場合と同等であるか、または、それに比べて改善されている、上記組成物。

【請求項 19】

前記少なくとも 1 種のセルロースエーテルは、未加工コットンリンターから製造されたアルキルヒドロキシアシルセルロースおよびヒドロキシアシルセルロース、ならびにそれらの混合物からなる群より選択される、請求項 18 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

10

【請求項 20】

前記アルキルヒドロキシアシルセルロースのアルキル基は、1 ~ 24 個の炭素原子を有し、ヒドロキシアシル基は、2 ~ 4 個の炭素原子を有する、請求項 19 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

【請求項 21】

前記セルロースエーテルは、メチルヒドロキシエチルセルロース (MHEC)、メチルヒドロキシプロピルセルロース (MHP C)、メチルエチルヒドロキシエチルセルロース (MEHEC)、エチルヒドロキシエチルセルロース (EHEC)、疎水化修飾したエチルヒドロキシエチルセルロース (HMEHEC)、ヒドロキシエチルセルロース (HEC)、疎水化修飾したヒドロキシエチルセルロース (HMEHEC)、および、それらの混合物からなる群より選択される、請求項 18 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

20

【請求項 22】

前記セルロースエーテルは、適用可能であれば、無水グルコース単位あたり、0.5 ~ 2.5 のメチルまたはエチル置換度、0.01 ~ 6 のヒドロキシエチルまたはヒドロキシプロピルのモル置換度 (MS)、および、0.01 ~ 0.5 の疎水性置換基のモル置換度 (MS) を有する、請求項 21 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

【請求項 23】

前記混合物は、メチルセルロース (MC)、メチルヒドロキシエチルセルロース (MHEC)、メチルヒドロキシプロピルセルロース (MHP C)、ヒドロキシエチルセルロース (HEC)、エチルヒドロキシエチルセルロース (EHEC)、疎水化修飾したヒドロキシエチルセルロース (HMEHEC)、疎水化修飾したエチルヒドロキシエチルセルロース (HMEHEC)、メチルエチルヒドロキシエチルセルロース (MEHEC)、スルホエチルメチルヒドロキシエチルセルロース (SEMHEC)、スルホエチルメチルヒドロキシプロピルセルロース (SEMHP C)、および、スルホエチルヒドロキシエチルセルロース (SEHEC) からなる群より選択される 1 種またはそれ以上の従来のセルロースエーテルをさらに含む、請求項 18 に記載の混合組成物。

30

【請求項 24】

前記セルロースエーテルの量は、0.001 ~ 1.0 重量% である、請求項 18 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

40

【請求項 25】

有機性または無機性の増粘剤、垂れ防止剤、空気連行剤、湿潤剤、消泡剤、分散剤、カルシウム錯化剤、遅延剤、促進剤、撥水剤、再分散性粉末、バイオポリマーおよび繊維からなる群より選択される 1 種またはそれ以上の添加剤と組み合わせた、請求項 18 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

【請求項 26】

前記 1 種またはそれ以上の添加剤は、多糖類からなる群より選択される有機性の増粘剤である、請求項 25 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

【請求項 27】

前記多糖類は、スターチエーテル、スターチ、グアール、グアール誘導体、デキストラ

50

ン、キチン、キトサン、キシラン、キサントガム、ウェランガム、ジェランガム、マンナン、ガラクトン、グルカン、アラビノキシラン、アルギナート、および、セルロース繊維からなる群より選択される、請求項 26 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

【請求項 28】

前記 1 種またはそれ以上の添加剤は、ポリアクリルアミド、ゼラチン、ポリエチレングリコール、カゼイン、リグニンスルホン酸塩、ナフタレンスルホン酸塩、スルホン化メラミン - ホルムアルデヒド縮合体、スルホン化ナフタレン - ホルムアルデヒド縮合体、ポリアクリル酸塩、ポリカルボキシレートエーテル、ポリスチレンスルホン酸塩、フルーツ酸、リン酸塩、ホスホン酸塩、1 ~ 4 個の炭素原子を有する有機酸のカルシウム塩、アルカノアートの塩、硫酸アルミニウム、金属アルミニウム、ベントナイト、モンモリロナイト、海泡石、ポリアミド繊維、ポリプロピレン繊維、ポリビニルアルコール、および、酢酸ビニルベースのホモ、コまたはターポリマー、マレイン酸エステル、エチレン、スチレン、ブタジエン、ビニルパーサテート、および、アクリル単量体からなる群より選択される、請求項 25 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

10

【請求項 29】

前記 1 種またはそれ以上の添加剤の量は、0.0001 ~ 20 重量%である、請求項 25 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

【請求項 30】

前記細骨材原料は、ケイ砂、ドロマイト、石灰石、軽量骨材、ゴム粉末、および、フライアッシュからなる群より選択される、請求項 18 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

20

【請求項 31】

前記軽量骨材は、パーライト、発泡ポリスチレン、コルク、膨張パーミキュライト、および、中空ガラス球状体からなる群より選択される、請求項 30 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

【請求項 32】

前記細骨材原料は、10 ~ 95 重量%の量で存在する、請求項 30 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

【請求項 33】

前記細骨材原料は、40 ~ 90 重量%の量で存在する、請求項 30 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

30

【請求項 34】

前記水硬性セメントは、ポルトランドセメント、ポルトランドスラグセメント、ポルトランドシリカフェームセメント、ポルトランドポゾランセメント、ポルトランドバントシェールセメント、ポルトランド石灰石セメント、ポルトランド複合セメント、高炉セメント、ポゾランセメント、複合セメント、および、アルミン酸カルシウムセメントからなる群より選択される、請求項 18 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

【請求項 35】

前記水硬性セメントは、4 ~ 60 重量%の量で存在する、請求項 18 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

40

【請求項 36】

前記水硬性セメントは、10 ~ 40 重量%の量で存在する、請求項 18 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

【請求項 37】

消石灰、石膏、ポゾラン、高炉スラグおよび水硬性石灰からなる群より選択される少なくとも 1 種のその他の鉱物性の結合剤と組み合わせた、請求項 18 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

【請求項 38】

前記少なくとも 1 種の鉱物性の結合剤は、0.1 ~ 30 重量%の量で存在する、請求項 37 に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

50

## 【請求項 39】

前記硬練りセメントモルタル組成物で用いられるセルロースエーテルの有意に低減された量は、少なくとも5%の低減である、請求項18に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

## 【請求項 40】

前記硬練りセメントモルタル組成物で用いられるセルロースエーテルの有意に低減された量は、少なくとも10%の低減である、請求項18に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

## 【請求項 41】

前記セルロースエーテルは、MHECまたはMHPCであり、さらに、ブルックフィールドRVT粘度計で、2重量%、20および20rpmで、スピンドル番号7を用いて測定した場合、80,000mPaより大きい水溶液のブルックフィールド粘度を有する、請求項21に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

10

## 【請求項 42】

前記セルロースエーテルは、MHECまたはMHPCであり、さらに、ブルックフィールドRVT粘度計で、2重量%、20および20rpmで、スピンドル番号7を用いて測定した場合、90,000mPaより大きい水溶液のブルックフィールド粘度を有する、請求項21に記載の硬練りセメントモルタル組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

20

## 【0001】

本願は、2004年4月27日付けで出願された米国仮出願番号60/565,643の利益を主張する。

## 【0002】

発明の分野

本発明は、建物の壁やその他の物体のためのモルタルとしての、硬練りセメントモルタル組成物において有用な混合組成物に関する。より具体的には、本発明は、未加工(raw)コットンリントーから製造されたセルロースエーテルの改善された水分保持剤を用いた、薄い目地モルタルおよびレンガ用モルタルに使用するための硬練りセメントモルタルに関する。

30

## 【0003】

発明の背景

従来のセメントモルタル、例えば従来のレンガ用モルタルは、セメントと砂の簡単な混合物であることが多い。この乾燥混合物を水と混合し、モルタルを形成することができる。これらの従来のモルタルそのものは、低い流動性またはこて塗適性しか有さない。その結果として、モルタルから水分が急速に蒸発または除去され、セメントの劣った、または低い作業性、ならびに不十分な水和を引き起こすために、これらのモルタルの塗布は、特に夏季、暑中条件下で、大きな労働力を要する。

## 【0004】

従来の硬化モルタルの物理特性は、その水和プロセス、従って凝結工程中のそれらからの水分の除去速度の影響を強く受ける。凝結反応の開始時の水分の除去速度の上昇によって、または、モルタル中の水の濃度の減少によって、これらのパラメーターに影響を与えるあらゆる作用が、モルタルの物理特性の劣化を引き起こす可能性がある。多くの基材、例えば石灰砂岩、シンダーブロック、木材または発泡モルタルの石材は、多孔質であり、モルタルから相当量の水を除去する可能性があるため、上述の難点が起こる。

40

## 【0005】

上述の水分が失われる問題を克服する、または最小化するために、従来技術は、この問題を軽減するためのセルロースエーテルの水分保持剤としての使用を開示している。この従来技術の例は、米国特許第4,501,617号であり、こて塗適性、または、モルタルの流動性を改善するための保水性の補助剤として、ヒドロキシプロピルヒドロキシエチ

50

ルセルロース (HPHEC) の使用を開示している。硬練りモルタル用途におけるセルロースエーテルの使用が、従来技術の特許、例えば DE 3 0 4 6 5 8 5、EP 5 4 1 7 5、DE 3 9 0 9 0 7 0、DE 3 9 1 3 5 1 8、CA 2 4 5 6 7 9 3、EP 7 7 3 1 9 8 で開示されている。

【0006】

ドイツ国公報第 4, 0 3 4, 7 0 9 号 A 1 は、水硬性セメントモルタルまたはコンクリート組成物への添加剤としての、セルロースエーテルを製造するための未加工コットンリンターの使用を開示している。

【0007】

セルロースエーテル (CE) は、商業的に重要な水溶性ポリマーの重要なクラスの代表である。これらの CE は、水性媒体の粘度を高めることができる。この CE の粘性化する能力は、主として、その分子量、それに結合した化学置換基およびポリマー鎖の構造的な特徴によって制御される。CE は、構築、塗料、食品、パーソナルケア、医薬、接着剤、界面活性剤 / 洗剤、油田、製紙産業、セラミック、重合プロセス、皮革産業および織物のような多くの用途で用いられる。

10

【0008】

建築産業では、メチルセルロース (MC)、メチルヒドロキシエチルセルロース (MHEC)、エチルヒドロキシエチルセルロース (HEEC)、メチルヒドロキシプロピルセルロース (MHP)、ヒドロキシエチルセルロース (HEC)、および、疎水化修飾したヒドロキシエチルセルロース (HMHEC) が、単独で、または組み合わせのいずれかで、硬練りモルタル配合物に最も広く用いられている。硬練りモルタル配合物は、無機性の結合剤としての石膏、セメントおよび / または石灰のブレンドを意味し、これらは、単独で、または、骨材 (例えばシリカおよび / または炭酸塩砂 / 粉末) および添加剤と組み合わせ、のいずれかで用いられる。

20

【0009】

それらを使用するために、これらの硬練りモルタルは、水と混合して軟練り材料として塗布される。目的とする塗布のために、水に溶解すると高粘性を付与する水溶性ポリマーが必要である。MC、MHEC、MHP、HEEC、HEC もしくは HMHEC、またはそれらの組み合わせを用いることによって、高い保水性 (すなわちその結果として、含水量の規定された制御) のような望ましい硬練りモルタル (すなわち、レンガ用モルタル、および、薄い目地モルタル) 特性が達成される。加えて、得られた材料の改善された作業性と十分な付着を観察することができる。CE 溶液の粘度の増加により、改善された保水能力および付着が得られるため、より効率的に、かつ費用効率よく作用するように高分子量の CE が望ましい。溶液の高い粘度を達成するために、開始時のセルロースエーテルは、慎重に選択する必要がある。現在のところ、精製コットンリンターまたは高粘度の木材パルプを用いることによって、達成可能な最大 2 重量 % の水溶液の粘度は、約 7 0, 0 0 0 ~ 8 0, 0 0 0 mPa である (ブルックフィールド RVT 粘度計を用いて、2 0 および 2 0 r p m で、スピンドル番号 7 を用いて)。

30

【0010】

硬練りセメントモルタル産業において、それでもなお、セメントプラスターの塗布および性能特性を改善するために、費用効率が高い様式で用いることができる水分保持剤を持つことが必要である。この結果の達成を補助するために、増粘剤および / または水分保持剤として使用するための、好ましくは約 8 0, 0 0 0 mPa より大きい 2 重量 % 濃度での水溶液のブルックフィールド粘度を付与し、それでもなお費用効率が高い水分保持剤を提供することが好ましいであろう。

40

【0011】

発明の要約

本発明は、2 0 ~ 9 9 . 9 重量 % の量の、未加工コットンリンターから製造されたアルキルヒドロキシアリルセルロースおよびヒドロキシアリルセルロース、および、それらの混合物であるセルロースエーテル、および、0 . 1 ~ 8 0 重量 % の量の、有機性また

50

は無機性の増粘剤、垂れ防止剤、空気連行剤、湿潤剤、消泡剤、流動化剤、分散剤、カルシウム錯化剤、遅延剤、促進剤、撥水剤、再分散性粉末、バイオポリマーおよび繊維の少なくとも1種の添加剤の、硬練りセメントモルタル組成物に使用するための混合組成物に関し；本混合組成物は、硬練りセメントモルタル組成物に用いて、十分な量の水と混合すると、基材に塗布できるモルタルを生成し、ここで、モルタル組成物中の混合組成物の量は有意に低減されており、同時に、得られた軟練りモルタルの保水性および増粘の挙動は、従来の類似のセルロースエーテルを用いた場合と比べて改善されているか、またはそれと同等である。

【0012】

本発明はまた、水硬性セメント、細骨材原料、および、未加工コットンリンターから製造された少なくとも1種のセルロースエーテルである水分保持剤の、硬練りセメントモルタル組成物にも向けられる。

10

【0013】

本硬練りセメントモルタル組成物を十分な量の水と混合すると、該組成物はモルタルを生成し、ここで、セルロースエーテルの量は有意に低減されており、同時に、該軟練りモルタルの保水性、増粘および/または垂れ下り抵抗は、従来の類似のセルロースエーテルを用いた場合と比べて改善されているか、またはそれと同等である。

【0014】

図面の簡単な説明

図1は、下記の実施例3に記載の実験データのグラフ表示である。

20

【0015】

図2は、下記の実施例4に記載の実験データのグラフ表示である。

【0016】

図3は、下記の実施例6に記載の実験データのグラフ表示である。

【0017】

発明の詳細な説明

所定のセルロースエーテル、特に未加工コットンリンター(RCL)から製造されたアルキルヒドロキシアルキルセルロースおよびヒドロキシアルキルセルロースは、従来の精製コットンリンターまたは高粘度の木材パルプから製造された市販のセルロースエーテルの粘度に比べて、極めて高い溶液の粘度を有することが発見された。セメントモルタル組成物でこれらのセルロースエーテルを用いることによって、これまで従来のセルロースエーテルを用いて達成することが不可能であった数種の利点(すなわち、使用におけるより低いコスト、および、より優れた塗布特性)、および、改善された性能特性が提供される。

30

【0018】

欧州規格EN998-2によれば、レンガ用モルタルは、レンガユニットを敷きこむために用いられる、1種またはそれ以上の無機性の結合剤、骨材、添加剤および/または混和材料の混合物と定義される。これは、「厚い」層でもよいし、または、「薄い」層でもよい。

【0019】

薄い目地モルタルは、発泡性のコンクリート製レンガまたは石灰砂岩のユニットを用いて壁またはその他の物体を建造するための一種の接着剤として用いられる。

40

【0020】

本発明によれば、アルキルヒドロキシアルキルセルロースおよびヒドロキシアルキルセルロースのセルロースエーテルは、切断された、または、切断されていない未加工コットンリンターから製造される。アルキルヒドロキシアルキルセルロースのアルキル基は、1~24個の炭素原子を有し、ヒドロキシアルキル基は、2~4個の炭素原子を有する。また、ヒドロキシアルキルセルロースのヒドロキシアルキル基は、2~4個の炭素原子を有する。これらのセルロースエーテルは、予想外の驚くべき利点をセメントモルタルに提供する。RCL系のCEの粘性は極めて高いために、レンガ用モルタルおよび薄い目地モル

50

タルにおいて効率的な塗布性能を観察することができる。現在のところ用いられる市販の高粘度CEより低いRCL系のCEの使用量でも、水に関して同様の、または、改善された塗布性能が達成される。また、ことも、RCLから製造されたアルキルヒドロキシアリキルセルローズおよびヒドロキシアリキルセルローズ、例えばメチルヒドロキシエチルセルローズ、メチルヒドロキシプロピルセルローズ、ヒドロキシエチルセルローズ、および、疎水化修飾したヒドロキシエチルセルローズは、モルタルにかなりの粘度を付与することが実証された。

**【0021】**

本発明によれば、本混合組成物は、20～99.9重量%の量、好ましくは70～99.0重量%の量のセルローズエーテルを含む。

10

**【0022】**

本発明のRCL系の水溶性の非イオン性CEとしては、(一次CEとして)、特に、未加工コットンリントー(RCL)から製造されたアルキルヒドロキシアリキルセルローズおよびヒドロキシアリキルセルローズが挙げられる。このような誘導体の例としては、メチルヒドロキシエチルセルローズ(MHEC)、メチルヒドロキシプロピルセルローズ(MHPC)、メチルエチルヒドロキシエチルセルローズ(MEHEC)、エチルヒドロキシエチルセルローズ(EHEC)、疎水化修飾したエチルヒドロキシエチルセルローズ(HMEHEC)、ヒドロキシエチルセルローズ(HEC)、および、疎水化修飾したヒドロキシエチルセルローズ(HMHEC)、および、それらの混合物が挙げられる。疎水性置換基は、1～25個の炭素原子を有していてもよい。それらの化学組成に応じて、それらは、適用可能であれば、無水グルコース単位あたり、0.5～2.5のメチルまたはエチル置換度(DS)、約0.01～6のヒドロキシアリキルのモル置換度(HA-MS)、および、約0.01～0.5の疎水性置換基のモル置換度(HS-MS)を有していてもよい。より具体的には、本発明は、これらの水溶性の非イオン性CEの、レンガ用モルタルおよび薄い目地モルタルにおいて効率的な増粘剤および/または水分保持剤としての使用に関する。

20

**【0023】**

本発明の実施する際に、精製コットンリントー、および、木材パルプ(二次CE)から製造された従来のCEを、RCL系のCEと併用することができる。精製セルローズからの様々なタイプのCEの製造は、当業界既知である。これらの二次CEは、本発明を実施するために、一次RCL-CEと併用することができる。これらの二次CEの多くは、市販品であるか、または、市場および/または文献で既知であるため、これらは本願において、従来のCEと称するものとする。

30

**【0024】**

二次CEの例は、メチルセルローズ(MC)、メチルヒドロキシエチルセルローズ(MHEC)、メチルヒドロキシプロピルセルローズ(MHPC)、ヒドロキシエチルセルローズ(HEC)、エチルヒドロキシエチルセルローズ(EHEC)、メチルエチルヒドロキシエチルセルローズ(MEHEC)、疎水化修飾したエチルヒドロキシエチルセルローズ(HMEHEC)、疎水化修飾したヒドロキシエチルセルローズ(HMHEC)、スルホエチルメチルヒドロキシエチルセルローズ(SEMHEC)、スルホエチルメチルヒドロキシプロピルセルローズ(SEMHPC)、および、スルホエチルヒドロキシエチルセルローズ(SEHEC)である。

40

**【0025】**

本発明によれば、好ましい一実施形態は、ブルックフィールドRVT粘度計で、20および20rpmで、2重量%の濃度で、スピンドル番号7を用いて測定した場合、80,000mPaより大きい、好ましくは90,000mPaより大きい水溶液のブルックフィールド粘度を有するMHECおよびMHPCを利用する。

**【0026】**

本発明によれば、その他の好ましい実施形態は、ブルックフィールドLVF回転式粘度計で、25、30rpmおよび2重量%の濃度で、スピンドル番号4を用いて測定した

50

場合、15,000 mPaより大きい水溶液のブルックフィールド粘度を有する疎水化修飾したヒドロキシエチルセルロースを利用する。

【0027】

本発明によれば、本混合組成物は、0.1～80重量%の量、好ましくは0.5～30重量%の量の少なくとも1種の添加剤を含む。添加剤の例は、有機性または無機性の増粘剤、および/または、第二の水分保持剤、垂れ防止剤、空気連行剤、湿潤剤、消泡剤、流動化剤、分散剤、カルシウム錯化剤、遅延剤、促進剤、撥水剤、再分散性粉末、バイオポリマーおよび繊維である。有機性の増粘剤の例は、多糖類である。添加剤のその他の例は、カルシウムキレート剤、フルーツ酸、および、表面活性物質である。

【0028】

添加剤のより具体的な例は、アクリルアミドのホモまたはコポリマーである。このようなポリマーの例は、ポリアクリルアミド、ポリ(アクリルアミド-コ-ナトリウムアクリレート)、ポリ(アクリルアミド-コ-アクリル酸)、ポリ(アクリルアミド-コ-ナトリウム-アクリルアミドメチルプロパンスルホナート)、ポリ(アクリルアミド-コ-アクリルアミドメチルプロパンスルホン酸)、ポリ(アクリルアミド-コ-ジアリルジメチルアンモニウムクロライド)、ポリ(アクリルアミド-コ-(アクリロイルアミノ)プロピルトリメチルアンモニウムクロライド)、ポリ(アクリルアミド-コ-(アクリロイル)エチルトリメチルアンモニウムクロライド)、および、それらの混合物である。

【0029】

多糖類の添加剤の例は、スターチエーテル、スターチ、グアール、グアール誘導体、デキストラン、キチン、キトサン、キシラン、キサントガム、ウェランガム、ジェランガム、マンナン、ガラクトン、グルカン、アラビノキシラン、アルギナート、および、セルロース繊維である。

【0030】

添加剤のその他の具体的な例は、ゼラチン、ポリエチレングリコール、カゼイン、リグニンスルホン酸塩、ナフタレンスルホン酸塩、スルホン化メラミン-ホルムアルデヒド縮合体、スルホン化ナフタレン-ホルムアルデヒド縮合体、ポリアクリル酸塩、ポリカルボキシレートエーテル、ポリスチレンスルホン酸塩、リン酸塩、ホスホン酸塩、1～4個の炭素原子を有する有機酸のカルシウム塩、アルカノアートの塩、硫酸アルミニウム、金属アルミニウム、ベントナイト、モンモリロナイト、海泡石、ポリアミド繊維、ポリプロピレン繊維、ポリビニルアルコール、および、酢酸ビニル系のホモ、コまたはターポリマー、マレイン酸エステル、エチレン、スチレン、ブタジエン、ビニルパーサテート、および、アクリル単量体である。

【0031】

本発明の混合組成物は、従来技術において既知の多種多様の技術で製造することができる。例としては、簡単な乾式混合、溶液の噴霧、または、乾燥材料上での溶融、共押し出し、または、共粉碎が挙げられる。

【0032】

本発明によれば、本混合組成物を硬練りセメントモルタル配合物に用いて、十分な量の水と混合すると、該組成物はモルタルを生成し、この混合物の量、すなわちセルロースエーテルの量は有意に低減されている。この混合物またはセルロースエーテルの低減された量は、少なくとも5%、好ましくは少なくとも10%である。CEをこのように少なくして用いたとしても、軟練りプラスターモルタルの保水性および増粘および/または垂れ下り抵抗は、従来の類似のセルロースエーテルを用いた場合と同等であるか、または、それに比べて改善されている。

【0033】

本発明の混合組成物は、このような混合物を、製造施設で直接用いることができるセメントモルタルの製造元に直接的または間接的に販売することができる。本混合組成物はまた、様々な製造元にとって好ましい必要条件に応じて受注ブレンドしてもよい。

【0034】

10

20

30

40

50

本発明のセメントのモルタル組成物は、約 0.001 ~ 1.0 重量%の量の CE を含む。少なくとも 1 種の添加剤の量は、約 0.0001 ~ 10 重量%である。これらの重量パーセンテージは、硬練りセメントモルタル組成物の全成分の総乾燥重量に基づく。

【0035】

本発明によれば、硬練りセメントモルタル組成物は、10 ~ 95 重量%の量、好ましくは 30 ~ 80 重量%の量で存在する骨材の材料を含む。骨材の材料の例は、ケイ砂、ドロマイト、石灰石、軽量骨材（例えば、発泡ポリスチレン、中空ガラス球状体、パーライト、コルク、膨張パーミキュライト）、ゴム粉末（車のタイヤからリサイクルされた）、および、フライアッシュである。「細 (fine)」は、骨材の材料が、2.0 mm まで、好ましくは 1.0 mm までの粒度を有することを意味する。

10

【0036】

本発明によれば、水硬性セメントの成分は、4 ~ 60 重量%の量で存在し、好ましくは 10 ~ 40 重量%の量の量で存在する。水硬性セメントの例は、ポルトランドセメント、ポルトランドスラグセメント、ポルトランドシリカフェームセメント、ポルトランドポゾランセメント、ポルトランドパートシェールセメント、ポルトランド石灰石セメント、ポルトランド複合セメント、高炉セメント、ポゾランセメント、複合セメント、および、アルミン酸カルシウムセメントである。

【0037】

本発明によれば、硬練りセメントモルタル組成物は、4 ~ 60 重量%、好ましくは 10 ~ 40 重量%の量の少なくとも 1 種の鉱物性の結合剤を含む。少なくとも 1 種の鉱物性の結合剤の例は、セメント、ポゾラン、高炉スラグ、消石灰、石膏、および、水硬性石灰である。

20

【0038】

本発明に係る好ましい実施形態によれば、セルロースエーテルは、2004年4月13日付けで出願された米国特許出願番号 10/822,926（これは、参照により本発明に含まれる）に従って製造される。本発明の出発原料は、少なくとも 8 グラム / 100 ml のかさ密度を有する未精製の未加工コットンリントー繊維の集合体である。この集合体中の繊維の少なくとも 50 重量%は、US 篩の篩サイズ番号 10（2 mm の目開き）を通過する平均長さを有する。この未精製の未加工コットンリントーの集合体は、AOC S 公定法 B b 3 - 47 で測定した場合、少なくとも 60% のセルロースを含む、一次切断、二次切断、三次切断および / または未選別の未精製の天然の未加工コットンリントー、または、それらの混合物からなる疎な集合体を得ること、および、該疎な集合体を、少なくとも 50 重量%の繊維が米国標準の篩サイズ番号 10 を通過する長さに粉砕することによって製造される。このようなセルロースエーテル誘導体は、出発原料として、上述の、未加工コットンリントー繊維の粉砕した集合体を用いて製造される。切断された未加工コットンリントーの集合体は、スラリー法またはハイソリッド法で、9 重量%より高いセルロース濃度で、塩基で処理され、活性セルローススラリーを形成する。次に、この活性セルローススラリーを、エーテル化剤と十分な時間、十分な温度で反応させ、セルロースエーテル誘導体を形成し、続いてこれを回収する。上記の様々な本発明の CE の製造方法の改変は、当業界周知である。

30

40

【0039】

本発明の CE はまた、製造元からの一次、二次、三次切断および / または未選別のいずれかの RCL の梱で得られる切断されていない未加工コットンリントーから製造することもできる。

【0040】

未加工コットンリントーの機械的な洗浄により得られた、未加工コットンリントーを含む組成物は、非セルロース系の異物（例えば田畑の塵、くず、種の外殻など）を実質的に含まず、これもまた、本発明のセルロースエーテルを製造するために用いることができる。未加工コットンリントーの機械的洗浄技術としては、打綿、スクリーニングおよび空気分離技術に関するものが挙げられ、これらは当業者周知である。機械的な打綿技術、およ

50

び、空気分離技術の組み合わせを用いて、繊維とくずとの密度差を利用してくずから繊維を分離する。また、機械的に洗浄した未加工コットンリントーと、「そのままの」未加工コットンリントーとの混合物も、セルロースエーテルを製造するのに用いることができる。

【0041】

従来のセルロースエーテルで製造されたレンガ用モルタルおよび薄い目地モルタルと比較した場合、本発明のモルタルは、これらのセメントモルタルを特徴付けるために当業界で広く用いられる重要なパラメーターである増粘の挙動、および/または、垂れ下り抵抗および保水性において、それらと同等であるか、または、改善されている。

【0042】

欧州規格 EN 1015 - 8 によれば、保水性 (water retention および/または water retentivity) は、「基材の吸い込みに晒された場合の、新しい水硬性モルタルのそれらに混合された水を保持する能力」である。欧州規格 EN 18555 に従って、測定可能である。

【0043】

レンガ用モルタルに関する欧州規格 EN 1015 - 3 では、コンシステンシーは、新しいモルタルの流動性と定義される。

【0044】

典型的なレンガ用モルタルおよび薄い目地モルタル材料は、以下の成分のうちいくつか、または全部を含んでいる可能性もある：

【0045】

【数1】

表 A:典型的な従来技術の様々なセメントモルタルの組成

成分	例	典型的な量	
		薄い目地モルタル	レンガ用モルタル
セメント	CEM I(ポルトランドセメント)、CEM II、CEM III(高炉セメント)、CEM IV(ポゾランセメント)、CEM V(複合セメント)、CAC(アルミン酸カルシウムセメント)	20~60%	4~50%
その他の鉱物性の結合剤	消石灰、石膏、ポゾラン、高炉スラグおよび水硬性石灰	0~10%	0~30%
骨材/軽量骨材	ケイ砂、ドロマイト、石灰石、パーライト、発泡ポリスチレン、コルク、膨張パーミキュライト、および、中空ガラス球状体	20~90%	10~95%
噴霧乾燥させた樹脂	酢酸ビニル系のホモ、コまたはターポリマー、マレイン酸エステル、エチレン、スチレン、ブタジエン、パーサテート、および/または、アクリル単量体	0~5%	
促進剤/遅延剤	ギ酸カルシウム、炭酸ナトリウム、炭酸リチウム	0~2%	0~1%
繊維	セルロース繊維、ポリアミド繊維、ポリプロピレン繊維	0~2%	0~2%
セルロースエーテル	MC、MHEC、MHPC、EHEC、HEC、HMHEC	0~1%	0~0.3%
その他の添加剤	空気連行剤、消泡剤、疎水性物質、湿潤剤、流動化剤 垂れ防止剤、Ca 錯化剤	0~2%	0~2%

【0046】

以下の実施例で、本発明を説明する。部およびパーセンテージは、特に他の規定がない限り重量に基づく。

【0047】

実施例 1

実施例 1 および 2 は、類似の市販のポリマーと比較した、本発明のポリマーの化学特性

10

20

30

40

50

および物理特性のいくつかを示す。

【0048】

置換度の測定

セルロースエーテルを、150 でヨウ化水素酸を用いたツァイゼル ( Z e i s e l ) の改変法によるエーテル切断で処理した。得られた揮発性の反応生成物を、ガスクロマトグラフで定量的に測定した。

【0049】

粘度の測定

セルロースエーテル水溶液の粘度を、1重量%および2重量%の濃度を有する溶液で測定した。セルロースエーテル溶液の粘度を確認する場合、それに対応するメチルヒドロキシアルキルセルロースを乾燥基準で用いた (すなわち水分の割合を、量をさらに多くすることで補正した)。精製コットンリントーまたは高粘度の木材パルプ系の、現在入手可能な市販のメチルヒドロキシアルキルセルロースの粘度は、最大2重量%の水溶液において、約70,000~80,000 m P aの粘度を有する (ブルックフィールド R V Tを用いて、20 および20 r p mで測定した)。

10

【0050】

粘度を測定するために、ブルックフィールド R V T 回転式粘度計を用いた。2重量%水溶液での全ての測定は、20 および20 r p mで、スピンドル番号7を用いてなされた。

【0051】

塩化ナトリウム含量

塩化ナトリウム含量をモール方法によって測定した。0.5 gの生成物を化学天秤で計量し、150 m lの蒸留水に溶解した。続いて、30分間攪拌した後に、1 m lの15% H N O<sub>3</sub>を添加した。その後、この溶液を、市販の装置を用いて標準化した硝酸銀 ( A g N O<sub>3</sub> ) 溶液で滴定した。

20

【0052】

水分の測定

水分を、市販の水分計を105 で用いて測定した。含水量は、重量の減少分と開始時の重量から得られた比率であり、パーセントで表示した。

【0053】

表面張力の測定

セルロースエーテル水溶液の表面張力を、クルス ( K r u s s ) のデジタル張力計 K 10を用いて、20 および0.1重量%の濃度で測定した。表面張力の測定のために、いわゆる「ヴィルヘルミーのプレート法」が用いられ、これは、薄いプレートを液体の表面まで下げて、プレートに向けられる下向きの力を測定するものである。

30

【0054】

【表 1】

表 1:分析データ

サンプル	メトキシ/ヒドロキシエトキシ または ヒドロキシプロポキシ	乾燥基準での粘度		水分	表面張力*
		2重量%で [mPa]	1重量%で [mPa]		
	[%]			[%]	[mN/m]
RCL-MHPC	26.6/2.9	95400	17450	2.33	35
MHPC65000 (コントロール)	27.1/3.9	59800	7300	4.68	48
RCL-MHEC	23.3/8.4	97000	21300	2.01	43
MHEC75000 (コントロール)	22.6/8.2	67600	9050	2.49	53

\*0.1重量%水溶液(20℃)

## 【0055】

表1は、RCLから誘導されたメチルヒドロキシエチルセルロースおよびメチルヒドロキシプロピルセルロースの分析データを示す。この結果から、明らかに、これらの生成物は、現在市販されている高粘度のタイプより有意に高い粘度を有することが示される。2重量%の濃度で、約100,000 mPaの粘度が検出された。その値は極めて高いために、1重量%水溶液の粘度を測定することは、信頼性が一層高く、簡単であった。この濃度で、市販の高粘度のメチルヒドロキシエチルセルロースおよびメチルヒドロキシプロピルセルロースは、7300~約9000 mPaの範囲粘度を示した(表1を参照)。未加工コットンリントー系生成物に関する測定値は、市販の材料より有意に高かった。その上、表1から、明らかに、未加工コットンリントー系のセルロースエーテルは、コントロールサンプルより低い表面張力を有することが示された。

## 【0056】

## 実施例 2

## 置換度の測定

セルロースエーテルを、150 でヨウ化水素酸を用いたツァイゼル(Zeisel)の改変法によるエーテル切断で処理した。得られた揮発性の反応生成物を、ガスクロマトグラフで定量的に測定した。

## 【0057】

## 粘度の測定

セルロースエーテル水溶液の粘度を、1または2重量%の濃度を有する溶液で測定した。セルロースエーテル溶液の粘度を確認する場合、それに対応する疎水化修飾したヒドロキシエチルセルロースを乾燥基準で用いた(すなわち水分の割合を、量をさらに多くすることで補正した)。

## 【0058】

粘度を測定するために、ブルックフィールドLVF回転式粘度計を用いた。全ての測定は、25 および30 rpmで、それぞれスピンドル番号3および4を用いてなされた。

## 【0059】

精製コットンリントー、及び未加工コットンリントーから製造された疎水化修飾したヒドロキシエチルセルロース(HMHEC)を、ハーキュリーズ(Hercules)のパイロットプラントの反応装置で製造した。表2で示したように、両方のサンプルは、ほぼ同じ置換パラメーターを有する。しかしながら、得られたRCL系のHMHECの粘度は、それより有意に高い。

## 【0060】

10

20

30

40

50

## 【表 2】

表 2:HMHEC サンプルの分析データ

	粘度 [mPa]		HE-MS	n-BGE(n-ブチル-グリシジルエーテル)MS	水分 [%]
	1%	2%			
RCL-HMHEC	1560	15800	2.74	0.06	2.8
精製リンター HMHEC	700	9400	2.82	0.09	1.3

10

## 【0061】

## 実施例 3

全ての試験を、10.00重量%のポルトランドセメント CEM I 42.5 R、50重量%のケイ砂(0.1~0.4mm)、および、40重量%のケイ砂(0.5~1.0mm)を含むレンガ用モルタルの基本混合物で行った。

## 【0062】

## 保水性

保水性を、DIN EN 18555、または、内部のハーキュリーズ/アクアロン(Aqualon)の作業手順のいずれかに従って測定した。

## 【0063】

## ハーキュリーズ/アクアロン(Aqualon)の作業手順

5秒以内に、300gの硬練りモルタルを、それに対応する量の水に添加した(20で)。このサンプルを台所用ハンドミキサーを用いて25秒間混合した後、モルタルを、プラスチックリングに充填し、これをろ紙片の上に置いた。ろ紙とプラスチックリングとの間に薄いフリース繊維を置き、同時に、ろ紙をプラスチックプレートの上に置いた。この装置の重量を、モルタルを充填した前後に測定した。それにより、軟練りモルタルの重量を計算した。さらに、ろ紙の重量は既知であった。ろ紙を3分間浸した後、ろ紙の重量を再度測定した。ここで、保水性[%]を以下の式を用いて計算した：

20

## 【0064】

## 【数 2】

$$WR [\%] = 100 - \frac{100 \times WU \times (1+WF)}{WP \times WF}$$

30

式中、 WU=ろ紙の水の吸収量[g]  
WF=水分因子  
WP=プラスターの重量[g]

\* 水分因子: 用いられた硬練りモルタルの量で割った、用いられた水の量であり、例えば100gの硬練りモルタルに対する20gの水により、水分因子0.2が得られる。

40

式中、

WU=ろ紙の水の吸収量[g]

WF=水分因子

WP=プラスターの重量[g]

\* 水分因子: 用いられた硬練りモルタルの量で割った、用いられた水の量であり、例えば100gの硬練りモルタルに対する20gの水により、水分因子0.2が得られる。

## 【0065】

## モルタルのフロー、密度および空気量

50

得られたモルタルのフロー、密度および空気量を、DIN EN 18555に従って測定した。

【0066】

RCLから製造されたメチルヒドロキシエチルセルロース(MHEC)を、レンガ用モルタルの基本混合物で、市販の高粘度MHEC(ハーキュリーズ製)と比べて試験した。表3に結果を示す。

【0067】

【表3】

表3:レンガ用モルタルにおける様々なMHECの試験(23°C/50%の相対空気湿度)

添加剤(基本混合物に基づく適用量)	レンガ用モルタルの基本混合物			
	0.02% RCL MHEC	0.02% MHEC75000	0.015% MHEC75000	0.015% RCL MHEC
水分因子	0.17	0.17	0.18	0.18
保水性(%、DIN)	80.13	71.24	64.1	68.95
フロー(mm)	142	143	147	144
新しいモルタルの密度(g/l)	1851	1904	1951	1935
空気量(%)	13	11.5	-	-

10

20

【0068】

表3によれば、RCL-MHECは、同じ添加レベルで添加すると、コントロールサンプルに比べて優れた保水性を提供することが示された：いずれの適用量0.02および0.015%でも、保水性は明らかにより高かった。フロー値は、よりわずかに低かったが、それでもなお従来の市販のMHEC75000サンプルのフロー値と同等であった。

【0069】

その他の試験において、一連のレンガ用モルタルの保水性を、CE添加レベルに基づいて測定した。再度、RCL系のMHECを、コントロールMHEC75000サンプルと比較した。図1は、明らかに、RCL系のMHECは、保水能力に関して、現在のところ用いられる極めて高い粘性のMHECに比べて優れた塗布性能を有することを実証している。特に、より低いCE適用量で、RCL系の材料の明確な利点が観察された。ここで、同じ添加レベルで、より高い保水性が達成され、すなわち有意に低い適用量で同じ保水性に達した。

30

【0070】

従って、表3および図1によれば、明らかに、RCL系のMHECは、同じ添加レベルで改善された塗布性能を示すことが示される。

【0071】

#### 実施例4

全ての試験を、10.0重量%のポルトランドセメントCEM I 42.5 R、50.0重量%のケイ砂(粒度0.1~0.4mmを有する)、および、40重量%のケイ砂(0.5~1.0mm)を含むレンガ用モルタルの基本混合物で行った。

40

【0072】

#### 保水性、モルタルのフロー、密度および空気量

軟練りモルタルの保水性、フロー、密度および空気量を、実施例3で説明されているようにして測定した。

【0073】

RCLから製造されたメチルヒドロキシプロピルセルロース(MHPC)を、レンガ用モルタルの基本混合物で、コントロールとして市販の高粘性MHPC65000サンプル(ハーキュリーズ製)と比べて試験した。全ての基本混合物に、空気連行剤(AEA)として、アルキル基中に12~18個の炭素原子を有し、20~60個の脂肪族アルコール

50

の酸化エチレン単位を有するエトキシ化脂肪族アルコールを添加した。表4に結果を示す。

【0074】

【表4】

表4:レンガ用モルタルにおける様々なMHPCの試験(23℃/50%の相対空気湿度)

添加剤(基本混合物に基づく適用量)	レンガ用モルタルの基本混合物		
	0.04%MHPC65000 +0.01%AEA	0.02%MHPC65000 +0.01%AEA	0.02%RCL-MHPC +0.01%AEA
水分因子	0.18	0.18	0.18
保水性(%、DIN)	84.06	71.16	72.54
フロー(mm)	164	150	156
新しいモルタルの密度(g/l)	1705	1811	1791
空気量(%)	20	15	15.5

10

【0075】

0.02%の同じ添加レベルで、コントロール及びRCL-MHPCは、まったく同様の挙動を示した。RCL-MHPCを含むレンガ用モルタルでは、改善された保水性が測定された。

20

【0076】

その他の一連の試験において、レンガ用モルタルの保水性を、CE添加レベルに基づいて測定した。再度、RCL系MHPCを、コントロールMHPC65000と比較した。図2は、RCL-MHPCを含むモルタルに関して改善された保水性の挙動を示す。

【0077】

#### 実施例5

全ての試験を、10.0重量%のポルトランドセメントCEM I 42.5R、50.0重量%のケイ砂(0.1~0.4mmの粒度を有する)、および、40.0重量%のケイ砂(0.5~1.0mm)で構成されるレンガ用モルタルの基本混合物で行った。

【0078】

#### 保水性、モルタルのフロー、密度および空気量

軟練りモルタルの保水性、フロー、密度および空気量を、実施例3で説明されているようにして測定した。

30

【0079】

RCLから製造されたメチルヒドロキシプロピルセルロース(MHPC)を、ポリアクリルアミド(PAA)(分子量: 8~15,000,000g/mol;密度: 825±50g/dm<sup>3</sup>;アニオン電荷: 15~50重量%)とブレンドし、このブレンドを、レンガ用モルタルの基本混合物で試験した。このブレンドの性能を、市販の高粘性MHPC60000サンプルと同じPAAとのブレンドの性能と比較した。

表5に結果を示す。

40

【0080】

【表 5】

表 5:レンガ用モルタルにおける修飾された MHPC の試験(23℃/50%の相対空気湿度)

添加剤	レンガ用モルタルの基本混合物		
	98% MHPC65000 +2%PAA	98% MHPC65000 +2%PAA	98% RCL MHPC +2%PAA
適用量(基本混合物に基づく)[%]	0.04	0.02	0.02
水分因子	0.19	0.19	0.19
保水性(% , DIN)	87.05	72.20	75.36
フロー(mm)	152	148	144
新しいモルタルの密度 (g/l)	1785	1911	1896
空気量(%)	16.5	12	12

10

## 【0081】

表 5 に記載のデータは、明らかに、PAA で修飾した RCL - MHPC のより高い効率を示す。RCL - MHPC を、コントロールサンプル(修飾された MHPC65000)と同じ適用量で用いた場合、得られたレンガ用モルタルでより高い保水性が測定された。その上、より強力な増粘作用を記録し、これはより低いフロー値を反映している。新しいモルタルの密度および空気量は、と同等であった。

20

## 【0082】

## 実施例 6

全ての試験を、10.0 重量%のポルトランドセメント CEM I 42.5 R、50.0 重量%のケイ砂(0.1~0.4 mm の粒度を有する)、および、40.0 重量%のケイ砂(0.5~1.0 mm の粒度を有する)で構成されるレンガ用モルタルの基本混合物で行った。

## 【0083】

## モルタルの保水性、フロー、密度および空気量

軟練りモルタルの保水性、フロー、密度および空気量を、実施例 3 で説明されているようにして測定した。

30

## 【0084】

ハーキュリーズのパイロットプラントで、RCL から製造された疎水化修飾したヒドロキシエチルセルロース(HMHEC)を、レンガ用モルタルの基本混合物で、精製した未加工コットンリントーから製造したパイロットプラント HMHEC と比べて、同じプロセス条件下で試験した。全ての試験において、空気連行剤(AEA, 実施例 4 を参照)を添加した。表 6 に結果を示す。

## 【0085】

## 【表 6】

表 6:レンガ用モルタルにおける修飾された MHPC の試験(23℃/50%の相対空気湿度)

添加剤(基本混合物に基づく適用量)	レンガ用モルタルの基本混合物		
	0.02%精製リントー 系の HMHEC/ 0.01% AEA	0.02% RCL-HMHEC/ 0.01% AEA	0.015% RCL-HMHEC/ 0.01% AEA
水分因子	0.17	0.17	0.17
保水性(% , DIN)	60.5	64.4	62.8
フロー(mm)	175	172	176
新しいモルタルの密度 (g/l)	1656	1677	1658
空気量(%)	19.5	19	19.5

40

50

## 【0086】

表6によれば、RCL-MHECは、同じ添加レベルで添加した場合、コントロールサンプル(HMHEC精製リター)より優れた保水性を提供することが示される。フロー値、ならびに新しいモルタルの密度および空気量では、わずかな差が示される。

## 【0087】

RCL-HMHECの適用量をコントロールサンプルと比べて25%減少させたにもかかわらず、得られたモルタルの保水性はそれでもなお優れており、一方、その他の軟練りモルタル特性は類似していた。

## 【0088】

その他の一連の試験において、レンガ用モルタルの保水性を、CE添加レベルに基づいて測定した。再度、RCL系のHMHECを、精製した未加工コットンリターベースのHMHECと比較した。図3は、明らかに、RCL系のHMHECは、保水性に関して優れた塗布性能を有することを実証している。同じ添加レベルで、より高い保水性が達成され、すなわち有意に低い適用量で同じ保水性に達した。

## 【0089】

従って、表6および図3によれば、明らかに、RCL-HMHECは、コントロールサンプルに比べて少ない添加レベルでも類似の塗布性能を示すことが示される。

## 【0090】

実施例7

全ての試験を、40.00重量%のポルトランドセメントCEM I 42.5 R(白色)、49.25重量%のケイ砂(0.1~0.3mmの粒度を有する)、10.00重量%の石灰石(粒度<0.15mm)、0.5重量%の噴霧乾燥させた樹脂、および、0.25重量%のセルロースエーテルで構成される薄い目地モルタルの基本混合物で行った。

## 【0091】

モルタルのフロー/塗り広げ

得られたモルタルのフローを、DIN EN 18555に従って測定した。

## 【0092】

モルタルの密度

モルタルの密度を、DIN EN 1015に従って測定した。湿潤密度を計算するために、新たに製造したモルタルを1dm<sup>3</sup>の容器に正確に充填し、はかりに載せた。

## 【0093】

可使時間

モルタルの可使時間を、DIN EN 1015に従って測定した。可使時間を測定するために、石灰石のレンガ(5x11.5x24cm)を、基材として用いた。この基材上に、モルタル厚さ2~3mmのモルタル層を塗布した。3分ごとに、それより小さい石灰石レンガ(サイズ:5x5cm)を、所定重量を充填することによってモルタル層に埋め込んだ。この重量は、モルタルの密度(密度<1kg/l=>重量0.5kg/密度>1kg/l=>重量1.2kg/l)に依存する。より小さい石灰石のレンガの50%未満がモルタルで被覆されたら、可使時間を終了とした。

## 【0094】

凝結の挙動

調査された薄い目地モルタルの凝結の挙動を、DIN EN 196-3に従って、ピカ一針装置を用いて調査した。新たに製造したモルタルをリングに充填し、針を落とし、可塑性が許容する限りモルタルに貫通させた。モルタルの凝結/硬化の間、貫通は減少した。貫通の開始と終了は、所定のミリメートルの貫通に従って、時間と分で定義された。

## 【0095】

RCLから製造されたメチルヒドロキシエチルセルロース(MHEC)、および、メチルヒドロキシプロピルセルロース(MHPC)を、上述の薄い目地モルタル組成物で、コントロールとしての市販の高粘度MHECおよびMHPC(ハーキュリーズ製)と比べて試験した。表7に結果を示す。

10

20

30

40

50

【 0 0 9 6 】

【 表 7 】

表 7: 薄い目地モルタル塗布における様々なセルロースエーテルの試験(23℃/50%の相対空気湿度)

	適用量 (基本混合物に 基づく) [重量%]	WF	密度 [kg/l]	塗り広げ [mm]			可使 時間 [分]	凝結時間 [時間]	
				直接	2 時間後	4 時間後		初期	末期
MHPC65000	0.25	0.28	1.72	160	172	166	15	8	10
MHPC65000	0.22	0.275	1.71	162	174	170	12	8	9
RCL-MHPC	0.22	0.29	1.68	158	173	167	13	8	10
MHEC75000	0.25	0.28	1.72	157	169	162	17	9	11
MHEC75000	0.22	0.275	1.70	160	168	165	14	9	10
RCL-MHEC	0.22	0.305	1.65	158	165	170	18	10	12

10

【 0 0 9 7 】

表 7 で示されるように、両方の RCL 系の製品を、コントロールの高粘性タイプより 12 % 低い添加レベルで試験した。全ての試験において、得られたモルタルのコンシステンシーを、約 160 mm の塗り広げ値に調節した。低い適用量にもかかわらず、RCL-CE を含む薄い目地モルタルの水に対する需要は、コントロールメチルヒドロキシアルキルセルロースの需要より高く、すなわち RCL サンプルは、コントロールよりも強力な増粘作用を有していた。

20

【 0 0 9 8 】

MHPC65000、および、MHEC75000 を少ない適用量で試験したところ、得られた薄い目地モルタルは、可使時間に関して、RCL-CE を含むモルタルよりも劣った塗布挙動を示した。

【 0 0 9 9 】

実施例 8

全ての試験を、40.00 重量%のポルトランドセメント CEM I 42.5 R (白色)、49.25 重量%のケイ砂(0.1~0.3 mm の粒度を有する)、10.00 重量%の石灰石(<0.15 mm)、0.5 重量%の噴霧乾燥させた樹脂、および、0.25 重量%のセルロースエーテルで構成される薄い目地モルタルの基本混合物で行った。

30

【 0 1 0 0 】

モルタルのフロー/塗り広げ、モルタルの密度、可使時間および凝結の挙動

モルタルのフロー/塗り広げ、モルタルの密度、可使時間、および、凝結の挙動を、実施例 7 で説明されているようにして測定した。

【 0 1 0 1 】

RCL から製造されたメチルヒドロキシエチルセルロース(MHEC)、および、メチルヒドロキシプロピルセルロース(MHPC)を、ポリアクリルアミド(PAA; PAA の詳細については、実施例 5 を参照)とブレンドし、薄い目地モルタルの基本混合物で、それぞれコントロールの適宜修飾された高粘度 MHEC および MHPC と比べて試験した。表 8 に結果を示す。

40

【 0 1 0 2 】

【表 8】

表 8:薄い目地モルタルの塗布における様々な変性セルロースエーテルの試験(23℃/50%の相対空気湿度)

	適用量 (基本の混 合物に基 づく) [重量%]	WF	密度 [kg/l]	塗り広げ [mm]			可使 時間 [分]	凝結時間 [時間]	
				直接	2時間後	4時間後		初期	末期
99.5%MHPC65000 +0.5% PAA	0.25	0.29	1.70	157	165	160	13	13	16
99.5%MHPC65000 +0.5% PAA	0.22	0.285	1.72	160	167	164	11	12	15
99.5%RCL-MHPC +0.5% PAA	0.22	0.30	1.67	156	164	162	12	12	15
99.5%MHEC75000 +0.5% PAA	0.25	0.29	1.71	155	163	165	14	13	16
99.5%MHEC75000 +0.5% PAA	0.22	0.285	1.70	157	165	163	12	12	15
99.5%RCL-MHEC +0.5% PAA	0.22	0.315	1.68	158	160	164	17	14	16

10

20

## 【0103】

再度、得られたモルタルのコンシステンシーを、約160mmの塗り広げ値に調節した。表8によれば、両方のRCL系の製品は、コントロールサンプルよりもかなり強力な、得られたモルタルにおける増粘作用を有することが示される。少ない適用量でも、水の要求量は高く増加した。その上、得られたモルタルは、それに対応するコントロールで「典型的な」(0.25重量%)添加レベルで測定された可使時間と同等の(RCL-MHPCについて)、または、それよりもさらに長い(RCL-MHECについて)可使時間を有する。RCL-CEを含むモルタルの密度は、それよりわずかに低かったが、それに対して、2および4時間後の塗り広げ値及び凝結時間は同等であった。

## 【0104】

好ましい実施形態を参照して本発明を説明したが、当然ながら、特許請求された発明の本質と範囲を逸脱することなく、それらの形態および詳細における変化形および改変を作製することができる。このような変化形および改変は、本明細書に添付された請求項の権利および範囲内であるとみなされる。

30

## 【図面の簡単な説明】

## 【0105】

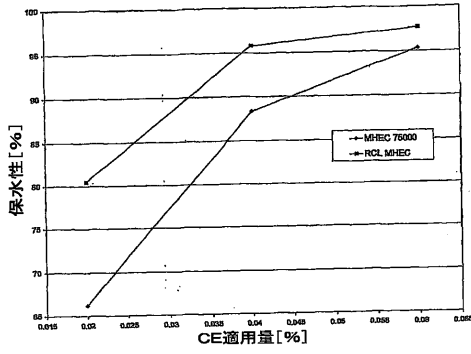
【図1】実施例3に記載の実験データのグラフ表示である。

【図2】実施例4に記載の実験データのグラフ表示である。

【図3】実施例6に記載の実験データのグラフ表示である。

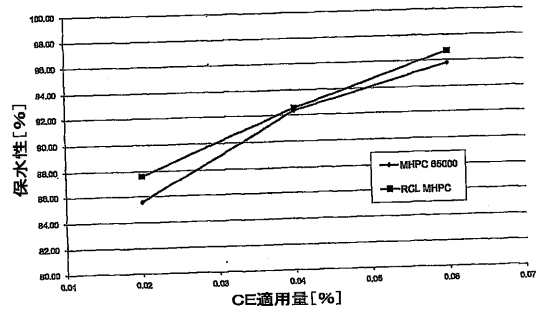
【 図 1 】

添加レベルとCEの種類に応じたレンガ用モルタルの保水性  
(水分因子=0.18;保水性は、ハーキュリーズ社内の方法に従って測定される)



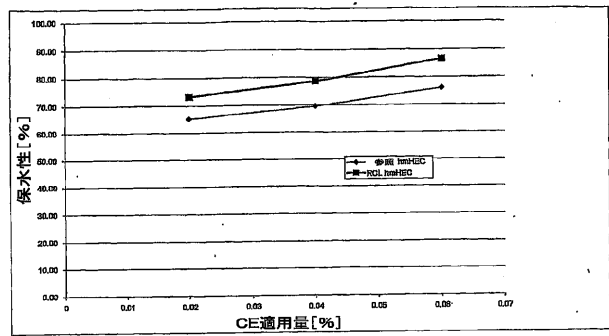
【 図 2 】

添加レベルとCEの種類に応じたレンガ用モルタルの保水性  
(水分因子=0.18;保水性は、ハーキュリーズ社内の方法に従って測定される)



【 図 3 】

添加レベルとCEの種類に基づくレンガ用モルタルの保水性  
(水分因子=0.18;保水性は、ハーキュリーズ社内の方法に従って測定された)



## 【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International Application No PCT/US2005/014320
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C04B24/38 C04B28/02		
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) IPC 7 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 practical, search terms used) EPO-Internal, PAJ, 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	EP 0 530 768 A (HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT) 10 March 1993 (1993-03-10) page 10, lines 40-54; claim 1; tables VIII-X	1-17
X	US 3 824 107 A (WEIANT D,US) 16 July 1974 (1974-07-16)  claim 1; example 2	1-6, 9, 18-23, 25, 26, 29, 30, 32-36, 39, 40
X	DE 40 34 709 A1 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD., TOKIO/TOKYO, JP) 8 May 1991 (1991-05-08) cited in the application abstract; claim 1	1
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in 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 document 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  12 July 2005		Date of mailing of the international search report  27/07/2005
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer  Pollio, M

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
Information on patent family members

International Application No

PCT/US2005/014320

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0530768	A	10-03-1993	AT 133928 T 15-02-1996
			BR 9203431 A 06-04-1993
			CZ 9202743 A3 17-03-1993
			DE 59205287 D1 21-03-1996
			EP 0530768 A1 10-03-1993
			ES 2083041 T3 01-04-1996
			JP 5201756 A 10-08-1993
			MX 9205038 A1 30-07-1993
			US 5387626 A 07-02-1995
			US 3824107
DE 4034709	A1	08-05-1991	JP 2119115 C 06-12-1996
			JP 3146501 A 21-06-1991
			JP 7119241 B 20-12-1995

## フロントページの続き

(51) Int. Cl. F I テーマコード (参考)  
E 0 4 F 13/02 K

(81) 指定国 AP (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(74) 代理人 100080137

弁理士 千葉 昭男

(74) 代理人 100096013

弁理士 富田 博行

(74) 代理人 100104374

弁理士 野矢 宏彰

(72) 発明者 ハーゲン, ヴォルフガング

ドイツ連邦共和国デー - 4 0 6 6 8 メーアブッシュ, フロンホフシュトラッセ 1 8

(72) 発明者 ヒルデブラント, ヴォルフガング

ドイツ連邦共和国デー - 4 6 5 3 7 ディンスラーケン, ザントラシュトラッセ 1 2

(72) 発明者 ホーン, ヴィルフリート

ドイツ連邦共和国デー - 5 0 3 7 4 エルフシュタット, ラインオウルドヴェーク 1 2

(72) 発明者 シュヴァイツァー, ディーテル

ドイツ連邦共和国デー - 4 0 4 7 0 デュッセルドルフ, モールセンプロイヒャー・ヴェーク 6  
6

F ターム (参考) 4G112 MD00 PB31 PB36 PB39 PB40