

Даний винахід відноситься до промисловості будівельних матеріалів, зокрема, до суміші будівельного матеріалу.

Загальновідомі суміші будівельних матеріалів, які містять полісахариди, зокрема, целюлозний ефір, переважно, простий ефір суміші метилцелюлози. У випадку цементної і гіпсової штукатурки целюлозні ефіри регулюють кількість води, і, тим самим, час обробки і продуктивність штукатурних робіт. За допомогою утримання води устанавлюються визначені властивості обробки, як наприклад, пластичність, консистентність, пластифікація, здатність прилипати до інструменту, котрий розгладжує, а також стійкість і міцність у відношенні сповзання, а також утворення суспензії. Використання целюлозних ефірів, до того ж, регулює зчіплювання з основою і забезпечує надійне затвердіння.

У випадку екструзивних цементних сумішей багато чого залежить, крім всього іншого, від того, що вони і при високому тиску зберігають стабільну форму і добре пресуються, а також мають високий ступінь утримання води навіть при високих температурах приблизно від 40 до 50°C. Щоб досягти таких результатів, целюлозний ефір додають до сумішей будівельних матеріалів.

При наклеїці лицевальних плиток целюлозні ефіри забезпечують досить високий ступінь загущення (консистенцію). Крім того, у результаті істотно поліпшуються здатність прилипання до основи, а також стійкість. Клей для наклеювання плиток, складений з використанням целюлозного ефіру, повинен мати досить високу стійкість проти ковзання, а також мати дуже гарні значення міцності зчеплення при різних умовах збереження лицевальних плиток, навіть у критичних умовах (наприклад, при збереженні в теплі при 70°C, при збереженні в умовах перемінного заморожування і відтавання, збереженні у воді).

При використанні в шпаклівці визначають якість згущення і замішування при обробці шпаклівкою. За допомогою вибору простих ефірів целюлози і зв'язаного з цим реологічного профілю встановлюються придатні до застосування технічні властивості, як, наприклад, легкість ходу і постійна міцність шпаклівки. Потрібно також досить високе утримання води, щоб уникнути утворення тріщин при обробці.

Для використання целюлозних простих ефірів у водяних системах нанесення розчину, як, наприклад, у дисперсійних фарбах, силіконових фарбах і силікатних фарбах, бажання споживача використовувати целюлозні прості ефіри пояснюється тим, що їхнє використання у фарбі зв'язано з поліпшенням властивостей фарби, і відповідно, висушеного плівкового шару [наприклад, з незначною здатністю до розбризкування, гарною якістю поверхні, на яку нанесена фарба, гарним розподілом пігментів, високою стійкістю при її мийці і поверхневій чистці і так далі]. Крім того, целюлозний простий ефір повинен відрізнятися високою здатністю до загущення, гарною стабільністю при збереженні фарби і простотою у вживанні, а також нанесенням, яке не робить шкоди навколишньому середовищу. Відомий спосіб одержання похідних полісахаридів, що полягає в тому, що

а) похідне полісахариду замочують у достатній кількості розчинника або суміші розчинників, переважно від 35 до 99ваг. %, особливо переважним є кількість від 60 до 80ваг. %, стосовно до загальної ваги, або розчиняють у ньому, так що підлеглі структури, як впливає з вихідних матеріалів полісахариду, у значній мірі усуваються, і потім

б) або переводять у стан твердого тіла в размольно-сушильному пилоподібному пристрої таким чином, що синергічно, з одного боку, за допомогою перегрітої пари відповідного або видозміненого розчинника або суміші розчинників переводять розчинник або суміш розчинників, які знаходяться в набряклому або розчиненому похідному полісахариду, у фазу пари, а, з іншого боку, розчинене або набрякле похідне полісахариду за допомогою фазового переходу переводять у тверде тіло, причому при цих процесах відбувається зміна форми похідного полісахариду при накладенні зовнішніх зусиль (сушіння гарячою парою при одночасному розмелюванні) або за допомогою диспергування в зовнішній середовищі, яке не розчиняється, створюють дискретні частки і переробляють їх на наступних етапах роздрібнення, фільтрації і сушіння в пилоподібні частки твердої речовини з бажаною величиною часток і бажаних властивостей, і тоді

в) при необхідності, висушують на наступному етапі в агрегатах відповідно до рівня техніки до одержання бажаної вологості. [Див. міжнародну заявку WO 98/31710, CO8 B 11/20, 23.07.1998]

Дані про цілі використання отриманих за відомим способом полісахаридів в описі міжнародної заявки не приводяться.

Завдання винаходу полягає в тому, щоб приготувати суміш будівельних матеріалів відомого складу з поліпшеними фізико-механічними властивостями.

Ця задача досягається за допомогою суміші за винаходом, який містить матеріал із групи, до складу якої входить гіпс, гідроксид кальцію, цемент та їхні суміші, а також полісахарид або похідне полісахариду і, при необхідності, кварцовий пісок або пісок вапняку, засіб гідрофобізації, синтетичний дисперсійний порошок, целюлозні волокна і/або синтетичні волокна, пороутворююча добавка, крохмальний ефір і легкі додаткові матеріали за допомогою того, що вона містить полісахарид або похідне полісахариду, яке одержують шляхом

а) розчинення або набрякання полісахариду або похідного полісахариду в 35-99ваг. - % води, щодо загальної ваги,

б) переведення води з набряклого або розчиненого полісахариду або похідного полісахариду у фазу пари й одночасного переведення розчиненого або набряклого полісахариду або похідного полісахариду в стан твердого тіла за допомогою введення потоку газу в пристрій, який перемелює, причому потоком газу вода витягається з полісахариду або з похідного полісахариду,

в) відділення часток твердого матеріалу часток полісахариду або похідного полісахариду за допомогою потоку газу і, при необхідності, шляхом сушіння полісахариду або похідного полісахариду,

причому компоненти беруть у наступному ваговому співвідношенні (ваг.- %):

матеріал із групи, яка містить

гіпс, гідроксид кальцію, цемент і їхні

суміші

1-99,99

полісахарид або похідне

полісахариду

0,001-5

| | |
|--|--------|
| кварцовий пісок або пісок вапняку | до 90 |
| дисперсійний синтетичний порошок | до 10 |
| легкі додаткові матеріали | до 10 |
| засіб гідрофобізації | до 1 |
| крохмальний ефір | до 0,5 |
| пороутворююча добавка | до 0,1 |
| целюлозні волокна і/або синтетичні волокна | до 15 |

У суміші будівельного матеріалу, кращим образом, міститься полісахарид або похідне полісахариду, яке одержують шляхом

а) розчинення або процесу набрякання полісахариду або похідного полісахариду в 50-80ваг.- % води, щодо загальної ваги,

б) переведення води з набряклого або розчиненого полісахариду або похідного полісахариду в парову фазу і шляхом одночасного переведення розчиненого або набряклого полісахариду або похідного полісахариду в стан твердої речовини шляхом внесення розчиненого або набряклого полісахариду або похідного полісахариду в ударно-відбивний млин з високим числом обертів, працює на газовому потоці, причому за допомогою потоку газу перегрітої суміші водяної пари і повітря, у якій фракція водяної пари складає від 40 до 90ваг.- %, стосовно суміші з водяної пари й інертного газу або суміші з водяної пари і повітря, вода витягається.

в) відділення часток твердого матеріалу полісахариду або похідного полісахариду за допомогою потоку газу і, при необхідності, сушіння полісахариду або похідного полісахариду.

Суміш будівельного матеріалу за винаходом може бути присутнім у формі штукатурки, яку наносять вручну або машинним способом, у формі клею, за допомогою якого приклеюють облицувальну плитку, будівельної маси, використовуваних для вирівнювання підлоги, у формі наповнювача для стикових швів, будівельного розчину, шприцбетону, у формі екструдату цементу або силікатної цегли або у формі клейової, силікатної, мінеральної і дисперсійної фарби.

Суміш будівельного матеріалу за винаходом містить полісахарид або похідне полісахариду з величиною часток менше 15мкм у кількості максимально 2ваг.- %, з величиною часток менше 10мкм у кількості максимально 2ваг.- % і з величиною часток менше 5мкм у кількості максимально 1ваг.- %. Використовувані за винаходом полісахариди або похідні полісахаридів, переважно, целюлозні прості ефіри, особливо переважно, метилгідроксиетилцелюлозні прості ефіри, виявляють, наприклад, при застосуванні в штукатурці здатність затримувати воду, поліпшену в порівнянні з традиційно метилгідроксиетилцелюлозними ефірами, які виготовляються, зокрема, в особливо критичних умовах [наприклад, при 40°C]. У клеях, використовуваних для наклепки облицувальної плитки, при використанні продуктів за винаходом одержують поліпшену міцність прилипання і/або більш швидкий початок процесу затвердіння клею. При використанні продуктів за винаходом в цементних екструзіях чітко виявляється краща пластифікація і стабільність форми, а також дуже незначне утворення тріщин у екструдованому тілі. В усіх випадках із продуктами, застосовуваними за винаходом, зв'язані технічні або економічні переваги для користувача.

Особливо переважно суміш будівельного матеріалу за винаходом містить полісахарид або похідне полісахариду, зокрема, похідне целюлози, переважно целюлозний простий ефір, яке (який) поміщають для набрякання або розчинення в кількість води, рівну 65-78ваг.- %, стосовно загальної ваги, причому потім воду з набряклого або розчиненого полісахариду або похідного полісахариду в ударно-відбивному млині з високим числом обертів, який працює на газовому потоці, за допомогою потоку газу перегрітої суміші, котра складається з водяної пари й інертного газу, або суміші, котра складається з водяної пари і повітря, де фракція води складає від 40 до 99ваг.- % відносно суміші водяної пари й інертного газу або суміші водяної пари і повітря, переводили в парову фазу, а розчинений полісахарид або набрякле похідне полісахариду - у стан твердого тіла у формі дрібних часток твердої речовини, після чого отримані частки твердої речовини відокремлювали від потоку газу, а потім, при необхідності, висушували.

Обробка полісахариду або похідного полісахариду за допомогою газу-теплоносія з перегрітої суміші водяної пари й інертного газу або суміші водяної пари і повітря є дуже економічною, тому що витрачена на помел енергія знову перетворюється в теплову енергію і, знаходячись, тим самим, у газі-теплоносії, може знову бути використана.

Зазначена вище кількість похідного полісахариду, зокрема, целюлозного ефіру, яка додається до суміші будматеріалу, залежить від відповідної спеціальної мети застосування. У випадку штукатурки на основі гіпсу кількість целюлозного простого ефіру, котра додається, як правило, складає від 0,05 до 0,5ваг.- %, у випадку цементної штукатурки кількість складає від 0,02 до 0,3ваг.- %, (відповідно, стосовно до загальної сухої маси). Кількості, які додаються, у випадках шпаклівок, клеїв, використовуваних для наклепки облицувальної плитки, і в галузі цементної екструзії, розташовуються в більш високому діапазоні; наприклад, використовувана кількість шпаклювальних мас на основі гіпсу складає близько 0,1 до 2ваг.- %, і відповідно, від 0,1 до 1ваг.- % для шпаклівок на цементній основі, (відносно загальної сухої маси).

Відповідно до винаходу можуть використовуватися як іонні, так і неіонні полісахариди або похідні полісахаридів, зокрема, простий ефір полісахариду і складний ефір полісахариду, зокрема, целюлозний простий ефір, з термічною точкою коагулювання, так і без термічної точки коагулювання в суміші за винаходом, використовуваної для будматеріалу. У якості особливо кращих простих і складних ефірів целюлози знаходять застосування такі, котрі мають, щонайменше, один або декілька (так називаних подвійних або потрійних змішаних простих ефірів) вказаних нижче замісників. У якості таких варто назвати:

гідроксиетильні, гідроксипропільні, гідроксибутильні, метильні, етильні, пропільні, бензильні, фосфометильні, фосфоноетильні, дигідроксипропільні, карбоксиметильні, сульфометильні, сульфоетильні, гідрофобні з довгим ланцюгом розгалужені і нерозгалужені алкільні залишки, гідрофобні з довгим ланцюгом розгалужені і нерозгалужені алкіларильні залишки або арилалкільні залишки, N,N-диетиламіноалкільні і

катіонні або катіонізовані залишки, а також ацетатні, пропіонатні, бутиратні, лактатні, нітратні, сульфатні групи.

Варто підкреслити в частині похідних полісахариду, які містяться в суміші будматеріалу за винаходом, зокрема, простих і складних ефірів полісахариду, наступні продукти:

А) похідні целюлози, зокрема, простий целюлозний ефір, як наприклад, гідроксиалкіл-целюлози (гідроксиетилцелюлоза, гідроксипропілцелюлоза, гідро-киспропілгідроксиетилцелюлоза), карбоксиалкілцелюлози (карбоксиметил-целюлоза), карбоксиалкілгідроксиалкілцелюлози (карбоксиметилгідрокси-етил-целюлоза, карбоксиметилгідрокси-пропілцелюлоза), сульфоналкілцелюлози (сульфоетилцелюлоза, сульфопропілцелюлоза), карбоксиалкілсульфоналкілцелюлози (карбоксиметилсульфонетилцелюлоза, карбоксиметилсульфонпропілцелюлоза), гідроксиалкілсульфоналкілцелюлози (гідроксиетилсульфонетилцелюлоза, гідроксипропілсульфоетилцелюлоза, гідроксиетилгідроксипропілсульфоетилцелюлоза), алкілгідроксиалкілсульфоалкіл-целюлози (метилгідроксиетилсульфоетилцелюлоза, метилгідроксипропілсульфоетилцелюлоза), алкілцелюлози (метилцелюлоза, етилцелюлоза), алкілгідроксиалкілцелюлоза (метилгідроксиетилцелюлоза, етилгідроксиетилцелюлоза, метилгідрокси-пропілцелюлоза, етилгідроксипропілцелюлоза), алкенілцелюлози й іонні та неіонні змішані прості ефіри алкенілцелюлози (наприклад, аллілцелюлоза, аллілметилцелюлоза, аллілетилцелюлоза, карбоксиметилаллілцелюлоза), діалкіламіноалкілцелюлози (наприклад, N,N-диметиламіноетилцелюлоза, N,N-диетиламіноетилцелюлоза), діалкіламіноалкілгідроксиалкілцелюлози (наприклад, N,N-диметиламіно-етил-гідроксиетилцелюлоза, N,N-диметил-амінетилгідроксипропілцелюлоза), арил- і арилалкіл- і арилгідроксиалкіл-целюлози (наприклад, бензил целюлоза, метилбензилцелюлоза, бензил-гідроксиетилцелюлоза) а також продукти реакції обміну названих вище простих ефірів целюлози з гідрофобно-модифікованими гліцидиловими простими ефірами, які містять алкільні залишки з 2-18 атомами вуглецю або арилалкільні залишки з 7-15 атомами вуглецю.

Б) Крохмаль і похідні крохмалю, зокрема, простий ефір крохмалю, особливо кращі розчинні в холодній і гарячій воді прості ефіри крохмалю, як, наприклад, окислені, гідроксиалкільовані, карбоксиалкільовані, алкільовані, катіонізовані або катіонні прості ефіри крохмалю, котрі містять азот.

В) Галактоманани, як наприклад, борошно зерен цареградського стручка, гуар і похідні гуару, зокрема, прості ефіри гуару, як, наприклад, гідроксиетилловий гуар, гідроксипропіловий гуар, метиловий гуар, етиловий гуар, метилгідроксиетилловий гуар, метилгідроксипропіловий гуар і карбоксиметиловий гуар.

Г) Алгінати та їхні похідні.

Д) Фізичні суміші простих целюлозних ефірів, як, наприклад, метилгідроксиетилцелюлози з карбоксиметилцелюлозою. Суміші простих ефірів крохмалю, як, наприклад, гідроксиетилового крохмалю з катіонним крохмалем і/або 30 кар-боксиметильованим крохмалем. Суміші простих ефірів гуару, як, наприклад, гідроксиетилловий гуар з метиловим гуаром. А також суміші простих ефірів целюлози з простими ефірами крохмалю і/або простими ефірами гуару, як, наприклад, метилгідроксиетилцелюлоза з гідроксипропіловим крохмалем і гідроксипропіловим гуаром.

Е) Складні ефіри целюлози і крохмалю, як, наприклад, нітрат, ацетат, бутират целюлози.

Особливо переважними полісахаридами, і відповідно, похідними полісахаридів є похідні целюлози, зокрема, розчинні у воді і або органорозчинні прості ефіри целюлози, як, наприклад, простий ефір метилцелюлози, простий ефір етилцелюлози, простий ефір карбоксиметилцелюлози (переважно, їхні солі, як, наприклад, простий карбоксиметилцелюлозний ефір натрію), метилгідроксиетилцелюлоза, метилгідроксипропілцелюлоза, етилгідроксиетилцелюлоза, етилгідроксипропілцелюлоза, етилгідроксиетилгідроксипропілцелюлоза, гідроксиетилцелюлоза і гідроксипропілцелюлоза, а також продукти реакції обміну вищезгаданих простих ефірів целюлози з реактивами, які містять лінійні або розгалужені алкільні групи, котрі містять довгі ланцюжки з 2-18 атомами вуглецю або арилалкільні групи з 7-15 атомами вуглецю.

Суміш будматеріалу за винаходом може містити крім вищезгаданих додаткових матеріалів і модифікаторів, ще й інші звичайні додаткові домішки, які служать для поліпшення певних ефектів при обробці. Такими додатковими кінцевими добавками є, наприклад, гідроколоїди, протипінні засоби, агенти набрякання, поліакрилати, поліакриламіді, синтетичні згущувачі, допоміжні диспергуючі засоби, засоби котрі конденсують, уповільнювачі, і відповідно, суміші сповільнювачів, прискорювачі і/або стабілізатори.

Перед обробкою до суміші будматеріалу за винаходом, як правило, додають таку кількість води, поки не одержать бажану консистенцію.

Нижченаведені приклади пояснюють винахід і його переваги.

У цих прикладах проводиться порівняння між простим ефіром целюлози (простий ефір метилгідроксиетилцелюлози), який міститься в суміші будматеріалу за винаходом, відповідно з наявною в продажі метилгідроксиетилцелюлозою.

Скорочення „DS” (середній ступінь заміщення) і „MS” (молярний ступінь заміщення), використані для характеристики які знайшли своє застосування відповідно до винаходу простих ефірів целюлози, які згадуються нижче як приклади, мають наступне значення. „DS” означає середнє число заміщених у целюлозі гідроксильних груп на одиницю ангідроглюкози. „MS” характеризує середнє число молів, з'єднаних з целюлозою реагентів на одиницю ангідроглюкози.

Визначення значень в'язкості 2-х ваг.- %-вих водяних розчинів проводиться за допомогою дистильованої води з використанням ротаційного віскозиметру типу Haake, тип RV 100, системи M500, вимірювальний пристрій MV, відповідно до норми DIN 53 019, при градієнті зрушення, рівному $D = 2,5 \text{ s}^{-1}$, при температурі 20°C.

Прості ефіри метил-гідроксиетилцелюлози за винаходом відповідають у частині свого виду одержання (підлогування, етерифікації, очищення) і в частині заміщення (DS-метил і MS-гідроксиетил) точно еталонному зразку. На відміну від стану техніки використовувані за винаходом прості метилгідроксиетильні ефіри целюлози в зазначеному вище способі піддаються набряканню або розчиненню в 65-78ваг.- % води, на

загальну вагу. В ударно-відбивному млині з високим числом обертів, який працює на газовому потоці, за допомогою потоку газу перегрітої суміші з водяної пари й інертного газу або суміші з водяної пари і повітря, де фракція водяної пари дорівнює 40-99ваг.- % стосовно до суміші з водяної пари і інертного газу або суміші з водяної пари і повітря, воду з набряклого або розчиненого целюлозного ефіру переводять у фазу пари, а розчинений або набряклий ефір целюлози переводять у стан твердого тіла у формі дрібнодисперсних часток твердої речовини. Отримані в такий спосіб частки твердої речовини відокремлюють від потоку газу і сушать.

Процентні дані означають ваговий відсоток. Найменування „гліп" і „s" відносяться до хвилин, і відповідно, до секунд; найменування „UpM" означає „оберти за хвилину". За допомогою „DS-Me" і „MS-HE" позначається рівень заміщення метильними і гідроксиетильними групами. Знаки скорочення „PP" і „PF" позначають ступінь розмелювання використаного продукту і представляють дрібнодисперсний порошок („PP") і дрібнораздроблений порошок „PF". Криві гранулометричного складу згадуються як приклад.

Позначення „WRV" і „Differenz WRV" указують на рівень здатності утримувати воду, і відповідно, на падіння цієї здатності утримувати воду при підвищенні температури з 20 °C до 40 °C у відсотках.

Фактор вода-тверда речовина (W/F) визначений як зазначено нижче:

$W/F = \text{пропускна здатність води} / \text{продуктивність сирого будівельного розчину} - \text{пропускна здатність води}$ (дивися, названу вище виробничу брошуру фірми Wolff Walsrode AG).

Для визначення кривих гранулометричного аналізу прості ефіри целюлози відсівають за допомогою просіваючої машини, у відповідності зі стандартом DIN 4188. Використовують сито з розміром осередків 0,25мм, 0,20мм; 0,16мм, 0,125мм, 0,100мм і 0,063мм.

Склад зазначених у прикладах сумішей будматеріалу впливає з Таблиці 1. Вказані там дані являють собою вагові частки.

Таблиця 1

Склад вказаних у прикладах сумішей будматеріалу

| Вид компонентів | Вапняно-цементна штукатурка | Клей, використовуваний для наклейки лицевальної плитки | Цементна екструзія |
|--------------------------------|-----------------------------|--|--------------------|
| Портландцемент | 1000 | 400 | 2000 |
| Гідроокис кальцію | 900 | - | - |
| Кварцовий пісок | 700 | 585 | 2000 |
| Прості ефіри целюлози | 9 | 40 | 18 |
| Засоби гідрофобування | 20 | - | - |
| Пороутворююча добавка | 2,0 | - | - |
| Целюлозні волокна | - | - | 200 |
| Синтетичні дисперсійні порошки | - | 15 | - |

Вапняно-цементна штукатурка

Для проведення дослідів у вапняно-цементній штукатурці використовується портландцемент із позначенням CEM 1 32.5R, Werk Hover, фірми Alsen-Breitenburg, у якості піску кварцовий пісок з дисперсністю F34, фірми Quarzwerke Frechen, і в якості гідроксиду кальцію гідроксид кальцію фірми Dyckerhoff. У якості пороутворюючої добавки використовується продукт LP-W-1®, зроблений фірмою Wolff Walsrode AG; стеарат цинку, фірма Greven Fettchemie, являє собою засіб гідрофобізації. Продукти змішуються з названими в Таблиці 1, описаними нижче простими ефірами целюлози. Відповідно до норми DIN 18555, частина 2, консистенція визначається шляхом установлення ступені розширення. У якості простого ефіру целюлози використовується продукт Walocel® MKX 60000 PF01, фірми Wolff Walsrode AG, як порівняльний стандарт. Визначення здатності утримувати відбувається відповідно до норми DIN 18555, частина 7 Фактор вода-тверда речовина встановлюється в розмірі 0,21, і штукатурка досліджується з використанням приведених нижче контрольних методик.

Клей, використовуваний для наклеювання лицевальної плитки, відповідно до винаходу

Для проведення дослідів у клеях, які використовуються для наклеювання лицевальної плитки, у якості синтетичного дисперсійного порошку використовується Elotex WS 45®, фірми Elotex AG. Для проведення тестування в клеях, які використовуються для наклейки кахельної плитки, застосовується портландцемент, котрий має найменування CEM 1 42.5R, Werk Laegerdorf/ фірми Alsen-Breitenburg. У якості піску використовується кварцовий пісок, який має дисперсність F34, фірми Quarzwerke Frechen. У якості простого ефіру целюлози використовується продукт Walocel® MKX 40000 PP01, фірми Wolff Walsrode AG, як порівняльний стандарт. Позначені в Таблиці 1 кількості сухої субстанції зважуються в поліетиленовому пакеті і протягом приблизно 5 хвилин рівномірно перемішуються вручну за допомогою кількарязового струшування, причому можливі грудки цементу заздалегідь роздавлюють. За допомогою зазначеного в Таблиці 1 кількості шляхом додавання води встановлюється фактор вода-тверда речовина, рівний 0,23, і таким чином, з використанням приведених нижче методик досліджується отриманий у такий спосіб клей для наклеювання лицевальної плитки.

Цементно-екструзійна суміш за винаходом

Для іспиту цементної екструзії використовується портландцемент, який має найменування CEM 1 32.5R, Werk Hover, фірми Alsen-Breitenburg, а у якості піску - кварцовий пісок, який має дисперсію W12, продукт фірми Quarzwerke Frechen. У якості целюлозних волокон використовують Arbocel® BWW 40, фірми Rettenmaier&Soehne. У якості целюлозного ефіру використовується продукт Walocel® VP-M-20678, фірми Wolff

Walsrode AG, як порівняльний стандарт. Досліди по екструзії роблять з використанням мішалки Lodige-Mischer, типу M20 MK, фірми Lodige, і технічного екструдера типу PZ VM8D, фірми Haendle. При виготовленні екструдатів процес ведуть таким чином, що зазначена в рецептурі кількість сухої субстанції міститься в змішувальному пристрої типу Lodige-Mischer. Після гомогенного перемішування сухої суміші [4 хвилини, 250 UpM], через сопло вводиться необхідна кількість теплої води [T = 35°C] під тиском 4,0 бар для досягнення фактора вода-тверда речовина, рівного 0,31, після чого суміш продовжують перемішувати протягом 2 x 2,5 XB/250UpM. Отримана в такий спосіб суміш переводиться тоді відразу ж у екструдер. Установлені на екструдері параметри фіксуються на основі екструзійних дослідів, проведених на дослідному зразку, для всіх інших дослідів [10мм - діаметр використовуваного отвору; число обертів пристрою попереднього пресування: 12 UpM, число обертів шнекового преса 15 UpM, попереднє нагрівання і пресуюча голівка 40°C, пристрій попереднього пресування: шнек із протирізальним пристроєм зовні нагорі: 20мм, і відповідно, зовні внизу: 20мм; положення шнека з видувною голівкою: нормальне; ніякого зменшення пресуючої голівки; вакуум: 0,8 бар]. Екструдати досліджуються за контрольними критеріями, позначеним нижче.

З Таблиці 2 беруть виробничі параметричні дані простого ефіру целюлози, який використовується як еталонний зразок у вказаних нижче прикладах.

Таблиця 2

Параметричні дані продукту, приведені щодо використаного целюлозного ефіру, для цілей порівняння

| Назва продукту ¹⁾ | DS-Me | MS-HE | В'язкість [mP·s] |
|------------------------------|-------|-------|------------------|
| Walocel® MKX60000 PF01 | 1,57 | 0,27 | 57,740 |
| Walocel® MKX40000 PP01 | 1,59 | 0,29 | 38,600 |
| Walocel®VP-M-20678 | 1,47 | 0,28 | 92,330 |

¹⁾ Продукти фірми Wolff Walsrode AG, які є в продажу

Результати досліджень у вапняно-цементній штукатурці

За допомогою використаних за винаходом простих ефірів целюлози були проведені дослідів в області штукатурки в порівнянні з еталонним зразком Walocel® MKX 60000 PF01 (=продукт, наявний у продажі, фірми Wolff Walsrode AG). Значення в'язкості використаних у винаході простих метилгідроксиетилцелюлозних ефірів варто брати в порівнянні з Таблицею 3, і усі вони знаходяться на аналогічно високому рівні.

Таблиця 3

Параметричні дані продукту - використаного простого ефіру метил гідроксиетилцелюлози

| Ном. | Зразок | В'язкість |
|------|--------------------------------------|-----------|
| 1 | Walocel® MKX60000 PF01 ¹⁾ | 57,740 |
| 2 | Зразок 1 за винаходом | 59,215 |
| 3 | Зразок 2 за винаходом | 62,161 |
| 4 | Зразок 3 за винаходом | 59,804 |

¹⁾ Еталонний зразок (= рівень техніки)

Результати ситового аналізу слід взяти з Таблиці 4.

Таблиця 4

Ситовий аналіз у порівнянні

| Ном. | Зразок | Просіяні фракції [%] ²⁾ | | | | | |
|------|---------------------------------------|------------------------------------|---------|--------|-----------|-----------|---------|
| | | < 0,25мм | < 0,2мм | 0,16мм | < 0,125мм | < 0,100мм | 0,063мм |
| 1 | Walocel®MKX 60000 PF 01 ¹⁾ | 99,90 | 99,95 | 94,79 | 85,03 | 74,75 | 47,23 |
| 2 | Зразок 1 за винаходом | 99,84 | 99,62 | 98,79 | 93,20 | 83,83 | 50,15 |
| 3 | Зразок 2 за винаходом | 98,59 | 95,20 | 88,18 | 76,25 | 61,77 | 29,29 |
| 4 | Зразок 3 за винаходом | 99,24 | 94,85 | 87,51 | 74,54 | 58,46 | 23,23 |

¹⁾ Еталонний зразок (= рівень техніки)

²⁾ Крива гранулометричного аналізу після просівання через сито з розміром отворів осередків 0,25мм; 0,20мм; 0,16мм; 0,125мм; 0,100мм; 0,063мм

Результати тестів приведені нижче. Зразок з поточним номером 2 відповідає в гранулометрії еталонному продукту. Усі наступні зразки мають у даний час виразно виражену незначну фракцію дрібнодисперсного порошку.

Таблиця 5 передає результати по проведенню досліджень у вапняно-цементному розчині.

Таблиця 5

Результати в частині використання у вапняно-цементній штукатурці

| Ном | Зразок | Критерій розширення ²⁾ [мм] при T= | | Здатність до утримання води ³⁾ [%] при T= | | Різниця WRV [%] 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 | Зразок 1 за винаходом | 169 | 163 | 97,65 | 97,17 | 0,48 |
| 3 | Зразок 2 за винаходом | 169 | 163 | 97,64 | 97,04 | 0,60 |
| 4 | Зразок 3 за винаходом | 162 | 162 | 97,41 | 96,72 | 0,69 |

¹⁾ Еталонний зразок (=рівень техніки)²⁾ Критерій розширення встановлений на 160мм ±5мм³⁾ Визначення положення після 5 хвилин; відхилення скрізь близько ± 0,1%⁴⁾ Різниця в здатності утримувати воду для T = 20°C і T = 40°C

Результати вказують для зразка, який застосовується відповідно до винаходу під поточним номером 2-4, у порівнянні з рівнем техніки, зокрема при особливо критичних температурах 40°C, на чітко більш високі значення для здатності утримувати воду. Тому що відомо, що розмір фракції дрібнодисперсного порошку може регулювати рівень здатності утримувати воду в штукатурці, очікувалося, що зразки, позначені під поточним номером 3-4, будуть мати чітко більш погані значення в частині здатності утримувати воду, зокрема, при температурах 40°C. На основі частково чітко незначної дрібнодисперсної фракції порошку зразків 3-4, результат є приголомшуючим і не відповідає очікуваному.

Результати досліджень у клеях, використовуваних для наклейки облицювальних плиток.

За допомогою використовуваних згідно з винаходом простих ефірів целюлози були проведені дослідження в області клею, використовуваного для наклейки облицювальних плиток, у порівнянні з порівняльним зразком Walocel® MKX 40000 PP 01 (= торговий продукт фірми Wolff Walsrode AG). Результати будуть обговорюватися нижче.

З Таблиці 6 потрібно брати значення в'язкості зразків.

Таблиця 6

Значення в'язкості продуктів, використаних для тестування в області клею, застосовуваного для наклейки

| Зразок | В'язкість [mPa.s] |
|--|-------------------|
| Walocel® MKX40000 PP 01, ¹⁾ * | 38.000 |
| Зразок 4 за винаходом | 38.003 |
| Зразок 5 | 37.414 |

¹⁾ Еталонна проба (= рівень техніки)

Зразки можна дуже добре порівнювати один з одним відносно їхньої в'язкості.

Значимі розходження не приймаються. Також і криві гранулометричного складу продуктів практично показують ідентичні значення (Таблиця 7).

Таблиця 7

Криві ситового аналізу простих целюлозних ефірів, які використовуються в клеях для облицювальної плитки, у порівнянні

| Зразок | Ситовий аналіз | | | | | |
|---------------------------------------|----------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| | < 0,250мм | < 0,200мм | < 0,160мм | < 0,125мм | < 0,100мм | < 0,063мм |
| Walocel MKX 40.000 PP01 ¹⁾ | 100 | 99,9 | 99,5 | 97,3 | 91,9 | 61,8 |
| Зразок 4 за винаходом | 99,7 | 99,0 | 95,7 | 89,1 | 80,2 | 54,5 |
| Зразок 5 за винаходом | 100 | 99,9 | 99,4 | 95,5 | 89,6 | 68,4 |

¹⁾ Еталонна проба (= рівень техніки)

²⁾ Крива ситового аналізу після просівання через сито з розміром осередків 0,25мм; 0,20мм; 0,16мм; 0,12мм; 0,100мм; 0,063мм

Наступні дослідження зосереджені на наступних пунктах:

- Постійна міцність, стабільність при зсуві і характеристики при замішуванні

Для цього клей, використовуваний для наклейки лицевальної плитки, поміщають у ємність і додають відповідну кількість води. Після включення секундоміру протягом 30 секунд перемішують дерев'яною паличкою. Потім виробляється візуальна оцінка постійної міцності клею, використовуваного для лицевальної плитки, на паличці, що була використана для цих цілей. Повна міцність, при якій клей, використовуваний для наклейки лицевальної плитки, є абсолютною нерухливим у районі палички для перемішування, відповідає оцінці в 100% постійної міцності; значення, рівне < 80%, означає, наприклад, що клей має занадто тонку консистенцію і що його неможливо більш розумно наносити на дерев'яну паличку. Через 5 хвилин після початку перемішування пробу ще раз перемішують протягом 1 хвилини, і в другій раз виробляється оцінка її постійної міцності (= стабільність при зсуві).

Оцінка стабільності при зсуві і характеристики замішування

Оцінка параметрів замішування матеріалів, зібраних у Таблиці 6, разом із простими ефірами целюлози є ідентичними скрізь (= 97,5% постійної міцності). Зразки можна нормальним образом замішувати, і вони показують безупинно зростаюче загущення. Параметри постійної міцності, і відповідно, стабільності при зрушенні через 30сек., а також оцінка параметрів замішування після 5-ої і 6-ої хвилин ідентичні всюди. Стабільність при зсуві через 6 хвилин - скрізь на однаковому рівні. Розходження не проглядаються.

Наступні параметри, які підлягають перевірці:

- Здимання

Перевіряється при цьому міцність клейових переминок при їхньому пресуванні в залежності від кількості води, яка використовується для одержання розчину. При цьому на нанесений шар клею, який використовується для наклейки лицевальної плитки, накладається скляна пластина розміром 10х10см. Після навантаження вантажем визначається запресованність клейових переминок, а саме, за допомогою зволоження скляної пластини. Для цього клей вказаним способом замішується, а через 30 секунд визначається постійна міцність, а через 5 хвилин визначається також стабільність при зсуві. Через 7 хвилин клей наноситься на пластину з плексигласу розміром 10 x 10см і рівномірно розподіляється за допомогою спеціального шпателя (6х6мм; положення під кутом 60°). Секундомір ставиться потім на „нуль”. Через 10 хвилин після нанесення скляна пластина накладається на клей так, щоб обидві зовнішні країни з'єдналися в середині переминок. На це місце в середині його відразу ж дається навантаження вагою 2,21кг протягом 30сек. Зволоження накладеної скляної пластини вказується за допомогою лінійки або ґратчастої фольги у відсотках.

- Міцність зісковзування

При визначенні міцності зісковзування клею, який застосовується для наклейки лицевальної плитки, цей клей наноситься на пластину [висота: 220мм; 200 x 250мм, матеріал: полівінілхлорид (PVC)] [клейовий шпатель 4х4мм], яка ковзає. За допомогою зваженої лицевальної плитки і додаткової ваги [вага по 50г] визначають максимальну вагу однієї лицевальної плитки [кам'яно-керамічна плитка 10х10см; 200г], яка ще може утримуватися. Вказується зісковзування плиток через 30 секунд без додаткового навантаження в міліметрах, і відповідно, максимальна вага лицевальної плитки в грамах на см² [г/см²].

Тривалість відкритого стану

При визначенні тривалості відкритого стану встановлюється проміжок часу, протягом якого є можливість укласти лицевальну плитку на змазану клеєм поверхню. На змазану клеєм поверхню лицевальні плитки укладаються з певним інтервалом часу [5/10/15/20/25/30 хвилин], потім знову знімаються. Після чого робиться оцінка стану змочування зворотних сторін лицевальних плиток. Для проведення іспиту беруть 100г клею для наклейки лицевальної плитки в банки ємністю 200мл. Додають визначену кількість води. Включають секундомір, і роблять перемішування протягом 1 хвилини, після чого залишають на 3 хвилини і знову перемішують протягом 1 хвилини. Потім клей намазують на етернитну пластину [40 x 20см] і рівномірно розподіляють спеціальним шпателем [4х4мм]. Секундомір установлюють на „нуль”. Через наступних 5 хвилин укладається перша лицевальна плитка, після чого дається навантаження вагою в 3кг і протягом 30 секунд, з інтервалом у 5 хвилин укладаються наступні лицевальні плитки, що також піддаються навантаженню вагою в 3кг. Через 40 хвилин усі лицевальні плитки знімаються і перевертаються. Зволоження зворотної сторони визначається за допомогою ґратчастої фольги у відсотках (з округленням до 5%). У якості відкритого стану вказується час у хвилинах, протягом якого на зворотній стороні лицевальної плитки визначають значення, рівні > 50% клею.

• Міцність зчеплення для збереження в нормальних, теплих і вологих (у воді) умовах, а також в умовах періодичного заморожування і відтавання відповідно до норми EN 1348

- Час схоплювання

Перевіряється сам процес протікання схоплювання, починаючи з вимішування клею, який застосовується для наклеювання лицевальної плитки, з моменту початку процесу схоплювання і до його закінчення. Принцип цієї перевірки полягає в тому, що час схоплювання визначається за допомогою проникнення голки [автоматичний пенетрометр за Vicat]. Для проведення дослідів спочатку устанавлюється фактор вода-тверда речовина, і відповідно, закладається. Щонайменше, 400г клею, який перевіряється, для лицевальної плитки вручну домішуються до визначеної кількості води протягом 1 хвилини, бажана відсутність бульбашок повітря, при легкому струшуванні відразу ж міститься в заздалегідь змазану конусоподібну судину з твердої гуми [висота: 40мм]. Потім поверхня вирівнюється без тиску пілоподібними рухами за допомогою широкого шпателя. Перш ніж поверхня зразку покривається білою олією (Weißöl) [тип Р 420], зовнішній край

намазується приблизно товщиною в 0,5см клеєм для лицевальних плиток, щоб тим самим запобігти стіканню олії. Олія запобігає утворення плівки і прилипання матеріалу клею для лицевальних плиток до контрольної голки. Конусоподібну посудину встановлюють горловиною донизу на попередньо змазану скляну пластину [діаметром: 120мм]. Скляна пластина з конусом ставиться на штатив судини типу Vicat. Замір здійснюється доти, поки клей для лицевальних плиток цілком не затвердіє, а голка не проникне усередину максимально на 1-2мм. Відстані між точками заміру вибираються в залежності від тривалості часу схоплювання, безупинно між 5, 10 і 15 хвилинами. Глибина проникнення голки як функція часу показує початок схоплювання, якщо вона більше не може пройти через масу клею висотою 40мм. Кінець схоплювання визначають тоді, коли голка проникає всередину маси клею максимально на 1-2мм. Як результат указується час схоплювання - його початок і його кінець - у годинах і хвилинах.

Результати досліджень впливають з Таблиці 8.

Таблиця 8

Результати досліджень у клеї,
який застосовується для наклеювання лицевальної плитки

| Зразок | Розмір | Ном. 1 | Ном. 2 | Ном. 3 |
|---|-------------------|--------|--------|--------|
| МКХ 40000 РР 01 (еталонний зразок) | % | 100 | - | - |
| Зразок 4 за винаходом | % | | 100 | - |
| Зразок 5 за винаходом | % | | - | 100 |
| Фактор вода-тверда речовина | - | 0,23 | 0,23 | 0,23 |
| Здимання шару Зволоження | % | 96 | 96 | 96 |
| Тест на зісковзування після 30 секунд | мм | 1,4 | 1,0 | 1,0 |
| Повна вага | Г | 50 | 50 | 50 |
| Максимальна вага лицевальної плитки | Г/см ² | < 2,0 | < 2,0 | < 2,0 |
| Тривалість відкритого стану через: | | | | |
| 5 хвилин | % | | 90 | 90 |
| 10 хвилин | % | | 60 | 55 |
| 15 хвилин | % | | 40 | 40 |
| 20 хвилин | % | | 20 | 35 |
| 25 хвилин | % | | 10 | 15 |
| 30 хвилин | % | | сліди | сліди |
| Міцність зчеплення у відповідності з EN | | | | |
| 1348 | Н/мм ² | | 1,74 | 1,81 |
| Нормальне зберігання | Н/мм ² | | 0,63 | 0,73 |
| Збереження в теплих умовах | Н/мм ² | | 1,23 | 1,41 |
| Збереження в умовах змінного заморожування і відтанення | Н/мм ² | | 0,64 | 0,97 |
| Час зчеплення за Vicat | | | | |
| Початок | год:мин | 12:15 | 10:30 | 10:45 |
| Закінчення | год:мин | 15:15 | 13:30 | 14:00 |
| Тривалість | год:мин | 03:00 | 03:00 | 03:15 |

При однаковому факторі вода-тверда речовина й аналогічної тривалості відкритого стану використані за винаходом прості целюлозні ефіри в клеях, які використовуються для наклеювання лицевальних плиток, виявляють переваги в частині зісковзування лицевальних плиток і поліпшену адгезійну міцність, причому приймаються, зокрема, більш високі параметри міцності, якщо мова йде про умови збереження в теплі, які вважаються особливо критичними [умови збереження лицевальних плиток при 70°C].

До того ж, при використанні простих ефірів целюлози за винаходом, початок схоплювання клею, який використовується для наклеювання лицевальної плитки, прискорюється. Пропоновані клеї для наклеювання лицевальних плиток схоплюються в порівнянні з еталонним зразком приблизно на 1-2 години швидше, внаслідок чого лицевальні плитки обробляються швидше, і відповідно, по них швидше можна ходити. Тривалість процесу схоплювання від початку до кінця складає близько 3 годин скрізь на порівнюваному рівні.

Результати досліджень цементної екструзії

За допомогою використаних простих ефірів за винаходом були проведені іспити по цементній екструзії. У

якості еталонного зразку використовували Walocel® VP-M-20678 (= торговий продукт фірми Wolff Walsrode AG).

Дані по в'язкості використаних за винаходом метилгідроксиетилцелюлозних ефірів варто взяти в порівнянні зі стандартом з Таблиці 9, і вони усі знаходяться на порівнянному рівні.

Таблиця 9

Параметри в'язкості використаних
простих метилгідроксиетиллових ефірів целюлози

| Ном. | Зразок | В'язкість [mP.s] |
|------|----------------------------------|------------------|
| 1 | Walocel®VP-M-20678 ¹⁾ | 92.330 |
| 2 | Зразок 6 за винаходом | 96.330 |
| 3 | Зразок 7 за винаходом | 93.090 |
| 4 | Зразок 8 за винаходом | 93.980 |

¹⁾Еталонний зразок (=рівень техніки)

Результат ситового аналізу варто взяти з Таблиці 10.

Таблиця 10

Ситові аналізи в порівнянні

| Ном. | Зразок | Ситові фракції [%] ²⁾ | | | | | |
|------|----------------------------------|----------------------------------|---------|----------|-----------|-----------|-----------|
| | | < 0,25мм | < 0,2мм | < 0,16мм | < 0,125мм | < 0,100мм | < 0,063мм |
| 1 | Walocel®VP-M-20678 ¹⁾ | 99,98 | 99,92 | 95,38 | 87,08 | 75,24 | 49,64 |
| 2 | Зразок 6 за винаходом | 99,74 | 99,32 | 98,32 | 94,83 | 79,04 | 55,48 |
| 3 | Зразок 7 за винаходом | 99,46 | 98,69 | 96,63 | 91,44 | 73,93 | 50,32 |
| 4 | Зразок 8 за винаходом | 99,36 | 98,23 | 95,39 | 88,00 | 76,68 | 52,69 |

¹⁾ Еталонний зразок (= рівень техніки)

²⁾ Крива ситового аналізу після просівання через сито з розміром осередків 0,25мм, 0,20мм, 0,16мм; 0,125мм; 0,100мм, 0,063мм

Позначені в Таблиці 10 під номером 2-4, використані за винаходом прості целюлозні ефіри відрізняються за своєю гранулометриєю лише несуттєво від використаного еталонного зразка і, таким чином, дуже добре порівнянні зі стандартом.

Порядок виконання операцій при одержанні суміші і екструдатів описаний вище. Під час іспитів, які продовжуються відповідно 2-13 хвилин, різні параметри машини обчислюються за допомогою ЕОМ і приймаються: (зусилля пресування, швидкість виходу екструдату, витрати електричного струму при проведенні попереднього пресування і при пресуванні, виконуваному шнековим пресом, температура пресолівки і циліндрів, вакуум). Розходження в порівнянні з еталонною пробою тут ніде не проглядаються.

Оцінки по екструдату концентруються на візуальних властивостях формованих тіл і на сирій вологій щільності екструдованого матеріалу. Результати цих оцінок подані в Таблиці 11.

Таблиця 11

Результати технічного застосування екструзійних дослідів

| Ном. | Зразок | Маса мокра [г] | Густина сира [г/мл] | Оцінка екструзії | Час утворення першої тріщини |
|------|----------------------------------|----------------|---------------------|--|------------------------------|
| 1 | Walocel®VP-M-20678 ¹⁾ | 512 | 1,86 | Структура з хмарним просвітом, невеликі тріщини з'являються, починаючи з 13 хвилин 30 секунд | 11 хвилин 40 секунд |
| 2 | Зразок 6 за винаходом | 548 | 1,88 | Спочатку трохи гірше, ніж номер 1, потім, однак, такий же, як в ном.1; менше поганих місць, ніж у ном. 1; у цілому трохи краще, ніж номер 1, більш гладкий | 12 хвилин 30 секунд |
| 3 | Зразок 7 за винаходом | 501 | 1,87 | На початку, як ном.1; гладка поверхня; менші тріщини, починаючи з 12 хвилин 55 секунд, трохи гірше, ніж ном. 2, але краще, ніж ном.1 | 11 хвилин 50 секунд |
| 4 | Зразок 8 за винаходом | 462 | 1,90 | На початку гірше, ніж ном. 3 (нечиста поверхня), тоді | 13 хвилин |

| | | | | | |
|--|--|--|--|--|--|
| | | | | стає усе краще, майже немає отворів; у цілому найкращий зразок | |
|--|--|--|--|--|--|

¹⁾ Еталонний зразок (=рівень техніки)

У цілому, формовані тіла, отримані екструзією, котрі були виготовлені за допомогою простих целюлозних ефірів, використаних за винаходом, у порівнянні з рівнем техніки оцінювалися суттєво краще. За допомогою простих ефірів, використаних за винаходом, можна одержувати кращі пластифікації, а також менші утворення тріщин. Для користувача це означає підвищену надійність при обробці, тому що проміжок часу до появи першого утворення тріщини при застосуванні продуктів за винаходом істотно збільшується.