

ANNA KOTWA¹
EDYTA SPYCHAŁ²
Kielce University of Technology
¹e-mail: a.ceglarska@tu.kielce.pl
²e-mail: espychal@tu.kielce.pl

THE INFLUENCE OF CELLULOSE ETHERS ON THE CHOSEN PROPERTIES OF CEMENT MORTAR IN THE PLASTIC STATE

Abstract

The influence of cellulose ether on the consistency, water retention (WRV parameter) and setting and hardening process of cement mortar is discussed in this article. The composition of researched mortars differed in the type of dispensed polymer admixture because of its viscosity and quantity. The research confirmed that cellulose ether has strong influence on the properties of cement mortar in the plastic state. The proper selection of the admixture (its viscosity and quantity) may have a decisive influence on the properties of the final product, therefore a basic and comprehensive examination of the material is so important.

Keywords: cement mortar, cellulose ether, viscosity, consistency, WRV parameter, setting and hardening process, ultrasonic method, induction time

1. Introduction

The development of new technologies and construction chemicals contributed to the popularization of dry plastering mortars. Adjustment of the characteristics of these materials to the requirements of the contemporary construction industry involves, inter alia, use of polymeric chemical admixtures. One of the most commonly used admixtures are cellulose ethers. The share of these ingredients in the formula and mortar does not exceed a few percent by weight of dry mortar, although it significantly modifies its properties.

The use of additives and modification of the etherification of cellulose can produce many varieties of cellulose ethers which differ in the type of introduced functional groups, the degree of etherification, fragmentation, dissolution rate in water, and the viscosity of their aqueous solutions [1, 2].

These admixtures are mainly used as thickeners and increase the ability of water retention in the mortar, and the proper setting and hardening of material is thus attained. They affect the viscosity and density of fresh mortar, workability, application properties [1, 3, 4]. Thanks to these characteristics, the mortar with the addition of cellulose ethers is simple to prepare, easy to use, easy to process, which ensures

that the relevant characteristics of the final product are obtained.

Despite the widespread use of this polymer to modify the properties of cement mortars, they are not a group of chemical additives in a clear and transparent manner described in the literature, among other things the problem of the impact of cellulose ethers on hydration of cement and cement mortar microstructure is not fully understood [4, 5]. This result may be due to its wide range, and trade secrets of companies that are engaged in the production and sale of the same cellulose ethers, and the entire construction chemicals. The estimation of the usefulness of these chemical admixtures in practical applications still requires additional research.

In this report the effect of cellulose ether on some properties of cement mortars in the plastic state, determined in laboratory experiments, is presented. Among a range of cellulose ethers on the market, those were selected that will significantly differ in viscosity. Proper evaluation of the impact and scope of cellulose ethers on the parameters of hardened mortar should be preceded by a deep analysis of their impact on the mortar in the plastic phase – immediately after adding water to the dry mixture

(step of implementation and application of mortar), which this article was focused on.

2. Methodology of experimental examinations

The investigation program included the evaluation of selected properties of cement plastering mortars (in the plastic state) modified with polymer admixture of cellulose ether. The composition of the starting mortar consistency test is shown in Table 1. For the determination of setting and hardening process research and water retention value WRV, weight of mortars' components was reduced by half, keeping the same proportions. The recipes varied by type of cellulose ether because of its viscosity and the amount of cellulose ether, in case of mortar ZA to ZC chemical admixture was dosed accordingly from 0.5 to 4.0 g, increasing the component proportion on 0.5 g. Base mortar unmodified with cellulose ether was marked with the Z0 symbol. The chemical composition and basic characteristics of Portland cement was presented in Table 2 and the basic properties of cellulose ethers were presented in Table 3.

Table 1. Composition of the cement mortar used in the study

Component [g]	Z0	ZA (ZA1÷ZA8)	ZB (ZB1÷ZB8)	ZC (ZC1÷ZC8)
CEM I 42.5R	96	96	96	96
Quartz sand 0.1-0.5 mm	437	437	437	437
Quartz sand 0.2-0.8 mm	467	467	467	467
Water	195	195	195	195
Cellulose ether (A)	0	0.5÷4.0	0.0	0
Cellulose ether (B)	0	0	0.5÷4.0	0
Cellulose ether (C)	0	0	0	0.5÷4.0

Table 2. Cement characteristic

Water demand [%]	Surface area [cm ² /g]	Loss on ignition [%]	Chemical analysis	
			SO ₃ [%]	Cl [%]
28.8	3879	3.81	3.31	0.093

Table 3. Cellulose ethers characteristic

Type of cellulose ether	Chemical modification	Viscosity [mPa·s]	pH	Form
Cellulose ether (A)	hydroxypropyl methyl cellulose (HPMC)	3000	6.8	white powder
Cellulose ether (B)	hydroxyethyl methyl cellulose (HEMC)	25000	7.0	white powder
Cellulose ether (C)	hydroxyethyl methyl cellulose (HEMC)	45000	7.0	white powder

*pH – 1% solution in water

Each sample was prepared in the same manner – an appropriate amount of the constant water quantity was added to the mixed dry ingredients. The amount of water was selected experimentally in such way that the consistency of model mortar Z0 was optimal (within 16÷17 cm), what determines appropriate application properties of the mortar. All mixtures were prepared in air-conditioned laboratory at 20°C (±2°C) and relative humidity of 65% (±5%), subject to the constant mixing time ensure proper homogenization of the material (90 s mechanical mixing + 30 s break + 90 s mechanical mixing). The study used a laboratory blender LMB-S.

The consistency of fresh mortars were tested according to PN-EN 1015-3 [6] using flow table.

Water Retention Value WRV was marked, basing on the procedure included in [7]. The test consisted in determining the water percentage that remains after a short suction of water through a filter paper under specified conditions in a defined period of time. Measurements were made at 10 and 60 minutes, marking this parameter as WRV10 and WRV60.

The evaluation of setting and hardening process was determined using the ultrasonic wave velocity method. The study was based on ultrasonic wave velocity recording, the value of which changed as the material bonded. The results of measurements were introduced in this article as maximum velocity after 48 hours of bonding and induction time. The time in minutes lasting from the beginning of the measurement until a clearly visible ultrasonic wave velocity change, is assumed as the period of induction.

3. The results of research and their analysis

Test results obtained by determining the consistency with the flow table method, are shown on Figure 1. Consistency of all modified mortars was strongly differential. This parameter stood between 12.1 cm for ZC8 mortar and 18.5 cm for ZA2 mortar. In comparison, model mortar had the flow of 16.8 cm. Taking the standard recommendations and practical knowledge into consideration, the value of consistency should stand between 16.0 and 17.0 cm. Each mortar obtained the required flow by different quantities and viscosities of cellulose ether. On the basis of the results listed, it was stated, that after obtaining the maximum value of flow (by the admixture quantity of 1.0 g), there was a proportional decrease in consistency coming together with the increase of ether content in all of the cases. In the case of mortars modified with cellulose ether in the quantity of 0.5 g, the consistency value stood on

similar level, i.e. between 16.3 and 16.5 cm, which proves a similar effect of admixture regardless of its viscosity.

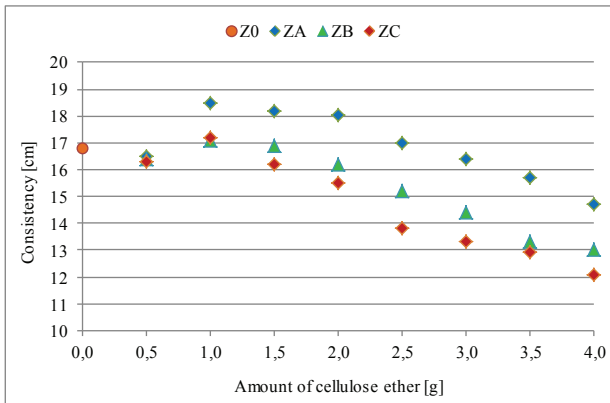


Fig. 1. Results of consistency research for mortars Z0, ZA÷ZC

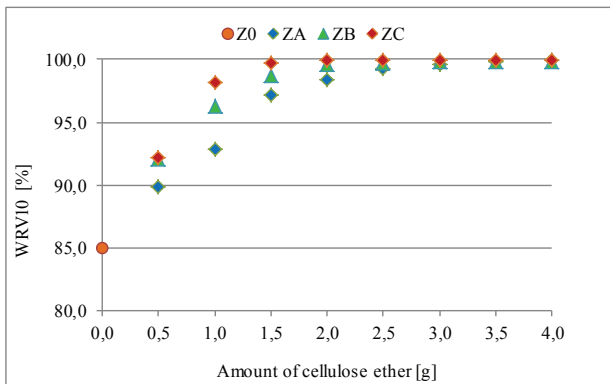


Fig. 2. Results of WRV10 research for mortars Z0, ZA÷ZC

The WRV10 test results are shown on Figure 2. Model mortar was characterized by much lower water retention in comparison to modified materials, as the WRV of Z0 mortar was just 85% (what is a negative phenomenon). Mortars with the admixture of cellulose ether had the value of this parameter in the range from 89.8% for ZA1 mortar up to 100% for ZC6 mortar. The WRV of mortars (ability to retain water) increases with the increase in amount of cellulose ether admixture. The observed water declines are hardly noticeable for all kinds of mortars with the polymer content higher that 2 g, which is a beneficial phenomenon, especially in the case of application on absorbent substrate, in changing temperature and humidity conditions, or in the case of thin-layer plastering mortars (3 mm thick). At smaller amounts of cellulose ether, the WRV is relatively proportional to the amount of admixture, although it

can be observed, that for mortars containing ethers with the viscosity of 25000 mPa·s and 45000 mPa·s the WRV is significantly higher. From only the mortar’s water retention point of view, providing proper setting conditions and cement hydration, it would be favorable to use cellulose ether in the amount of at least 1.5 g and of high viscosity.

The results of research conducted indicate varied influence of cellulose ether on the consistency of mortars and their ability to water retention. While the consistency parameter can be chosen as required from 16 to 17 cm by choosing an appropriate amount of water, inasmuch the problem of water retention and the influence of this parameter on both fresh and hardened mortar needs further analysis. In this case many factors should be taken into consideration, inter alia the conditions and the way of mortar’s application or the substrate absorption. The results of research may also be used indirectly to assess the behaviour of tested mortars being in contact with materials of differential absorbency.

It is also worth noting that mortars with required – specified consistency that determines the appropriate application properties of mortars, have the WRV parameter on a highly diversified level, at different amounts and viscosities of cellulose ether. Among all tested materials, only 9 of 25 mortars had the consistency accordant to standard requirements and practical assumptions (Fig. 3).

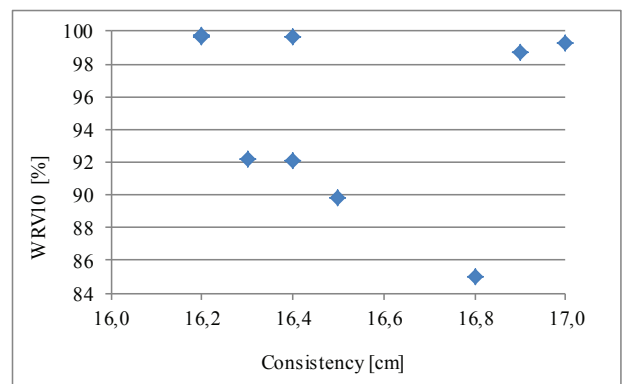


Fig. 3. Dispersion of WRV parameter results up to the recommended consistency

Additionally, for mortars with required consistency, a research of WRV60 and a research with ultrasonic method were carried out. All results for these 9 materials were presented in Table 4. It is clearly noticeable that cellulose ether decreases the ultrasonic wave velocity during the research and delays the mortar’s bonding and hardening processes. The bigger its amount in

mortar's composition, the lower the ultrasonic wave velocity and the longer the induction time – hence the delay of bonding and hardening processes is bigger. WRV60 parameter was the highest for the mortar with the biggest amount of cellulose ether, for which the water loss during the whole research was the least. Analyzing all results from Table 4, it can be noticed that mortars with similar consistency are characterized with strongly differential practical properties that's why a comprehensive evaluation of modified materials and the effect of admixture on each property is so important.

Table 4. Results of measurements for 9 chosen mortars

	Consistency [cm]	WRV10 [%]	WRV60 [%]	Induction time [min]	Maximum velocity after 48 h [m/s]
Z0	16.8	85.0	76.5	0	2180.1
ZA1	16.5	89.8	82.5	0	1951.3
ZA5	17.0	99.3	98.1	190	1372.2
ZA6	16.4	99.6	98.9	280	860.3
ZB1	16.4	92.1	86.1	0	1505.3
ZB3	16.9	98.7	97.8	180	1235.7
ZB4	16.2	99.6	99.2	325	958.0
ZC1	16.3	92.1	86.6	131	1364.8
ZC3	16.2	99.8	99.2	215	1005.4

A – cellulose ether (B), B – cellulose ether (B), C – cellulose ether (C)

1, 3, 4, 5, 6 – amount of cellulose ether 0.5; 1.5; 2.0; 2.5; 3.0 g

4. Conclusions

The research indicate differing impact of cellulose ether on consistency, ability to retain water and the process of setting and hardening of tested cement mortars. Addition of polymer admixture strongly influences the mortar's consistency. With the increase in amount and viscosity of admixtures a clear tendency of reduction in the consistency of mortars, while increasing their WRV can be noticed. Presented results of the research show that cellulose ether increases water retention, but at the same time delays the mortars' setting and hardening processes. The choice of admixture type in terms of it's amount and viscosity should be preceded by a thorough analysis of the impact of cellulose ether not only on standard properties of mortar in plastic state, but also the influence of this admixture on practical utility of modified materials should be taken into consideration. Only a comprehensive assessment of examined mortars and properly balanced proportions

of cellulose ether will allow to meet the standard requirements and will provide adequate technical properties.

References

- [1] Chładzyński S., Malata G.: *Składniki zapraw klejowych do płytek. Część II – Metyloceluloza*. Izolacje, 4, (2008), pp. 30-33.
- [2] Szczygielska A., Rudnik E., Polaczek J.: *Eter celulozy. Metody otrzymywania, zachowania oraz sytuacja rynkowa*. Przemysł Chemiczny, 81(11), (2002), pp. 704-707.
- [3] Sobala M., Nosal K., Pichniarczyk P.: *Wpływ metylocelulozy na właściwości klejowych zapraw cementowych*. Cement Wapno Beton, 6, (2010), pp. 359-365.
- [4] Izaguirre A., Lanas J., Alvarez J.I.: *Characterization of aerial lime-based mortars modified by the addition of two different water-retaining agents*. Cement and Concrete Composites, 33, (2011), pp. 309-318.
- [5] Pourchez J., Peschard A., Grosseau P., Guyonnet R., Guillhot B., Vallee F.: *HMPC and HEMC influence on cement hydration*. Cement and Concrete Research, 36, (2006), pp. 288-294.
- [6] PN-EN 1015-3:2000 + A2:2007 Metody badań zapraw do murów. Określenie konsystencji świeżej zaprawy (za pomocą stolika rozplwywu)
- [7] Małolepszy J., Gawlicki M., Pichór W., Brylska W., Brylicki W., Łagosz A., Nocuń-Wczelik W., Petri M., Pytel Z., Roszczyniański W., Stolecki J., Malata G., Reben M.: *Podstawy technologii materiałów budowlanych i metody badań*. Wydawnictwo AGH, Kraków 2013.

Anna Kotwa
Edyta Spychał

Wpływ eterów celulozy na wybrane właściwości zaprawy cementowej w fazie plastycznej

1. Wprowadzenie

Rozwój nowych technologii i chemii budowlanej przyczynił się do popularyzacji suchych zapraw tynkarskich. Dostosowanie właściwości tych materiałów do wymagań współczesnego przemysłu budowlanego wiąże się między innymi z zastosowaniem polimerowych domieszek chemicznych. Jednymi z najczęściej stosowanych domieszek są etery celulozy. Udział tych składników w recepturach zapraw budowlanych nie przekracza kilku procent masy suchej zaprawy, mimo to w znaczący sposób modyfikuje jej właściwości.

Zastosowanie dodatków oraz zmiany warunków eteryfikacji celulozy pozwalają na uzyskanie wielu odmian eterów celulozy różniących się między sobą rodzajem wprowadzonych grup funkcyjnych, stopniem eteryfikacji, rozdrobnieniem, szybkością rozpuszczania w wodzie, a także lepkością ich roztworów wodnych [1, 2].

Domieszki te stosowane są głównie jako środki zagęszczające i zwiększające zdolność utrzymania wody w zaprawie, co zapewnia odpowiednie warunki wiązania i twardnienia spoiwa. Mają one wpływ na lepkość i gęstość świeżej zaprawy, urabialność, właściwości aplikacyjne [1, 3, 4]. Dzięki tym cechom, zaprawy z dodatkiem eterów celulozy są proste w przygotowaniu, wygodne w użyciu, łatwe w obróbce, co zapewnia uzyskanie odpowiednich właściwości finalnego produktu.

Mimo powszechnego zastosowania eterów celulozy do modyfikacji właściwości zapraw cementowych, nie są one grupą domieszek chemicznych w sposób jasny i przejrzysty opisaną w literaturze, między innymi nie jest do końca wyjaśniony problem wpływu eterów celulozy na hydratację cementu i mikrostrukturę zapraw cementowych [4, 5]. Wynikać to może z powodu ich szerokiego asortymentu, a także tajemnic handlowych firm, które zajmują się produkcją i sprzedają samych eterów celulozy, jak i całej chemii budowlanej. Ocena zakresu przydatności tych

domieszek chemicznych w zastosowaniach praktycznych wciąż wymaga dodatkowych badań.

W pracy przedstawiono wyniki doświadczeń laboratoryjnych dotyczące wpływu eteru celulozy na wybrane właściwości zapraw cementowych w fazie plastycznej. Spośród szeregu różnych eterów celulozy dostępnych na rynku, wybrano te, które w znaczący sposób różnią się lepkością. Właściwa ocena wpływu i zakresu działania eterów celulozy na parametry stwardniałej zaprawy powinna być poprzedzona wnikliwą analizą ich oddziaływania na zaprawę w fazie plastycznej – bezpośrednio po dodaniu wody do suchej mieszanki (etap wykonania i aplikacji zaprawy), na czym skoncentrowano się w niniejszym artykule.

2. Metodologia badań

Program badań obejmował ocenę wybranych właściwości cementowych zapraw tynkarskich (w fazie plastycznej) modyfikowanych polimerową domieszką w postaci eteru celulozy. Do oznaczenia badania procesów wiązania i twardnienia oraz wskaźnika zatrzymania wody WRV zmniejszono masy składników zapraw o połowę, zachowując te same proporcje. W recepturach zmieniano rodzaj eteru celulozy ze względu na jego lepkość i ilość eteru celulozy; w przypadku zapraw ZA do ZC domieszkę chemiczną dozowano odpowiednio od 0,5 do 4,0 g, zwiększając ten składnik proporcjonalnie co 0,5 g. Symbolem Z0 oznaczono zaprawę wzorcową, niemodyfikowaną eterem celulozy.

Każdą próbkę przygotowywano w ten sam sposób – do wymieszanych ze sobą suchych składników dodawano stałą ilość wody. Ilość ta została dobrana doświadczalnie w taki sposób, aby konsystencja zaprawy wzorcowej Z0 była optymalna (w granicach 16÷17 cm), co warunkuje odpowiednie właściwości aplikacyjne zaprawy. Wszystkie mieszanki sporządzono w klimatyzowanym laboratorium, w temperaturze 20°C (±2°C) i wilgotności względnej powietrza

65% ($\pm 5\%$), z zachowaniem stałego czasu mieszania zapewniającego prawidłową homogenizację badanego materiału (90 s mieszania mechanicznego + 30 s przerwy + 90 s mieszania mechanicznego). Do badań wykorzystano mieszarkę laboratoryjną LMB-S.

Badanie konsystencji zapraw wykonano metodą stolika rozpląwu, zgodnie z normą PN-EN 1015-3 [6].

Współczynnik zatrzymania wody (WRV – Water Retention Value) oznaczono na podstawie procedury zawartej w [7]. Badanie polegało na określeniu procentowej zawartości wody, która pozostaje po krótkotrwałym odsysaniu wody przez bibułę filtracyjną w określonych warunkach i w określonym czasie. Pomiar wykonano po 10 i 60 minutach, oznaczając ten parametr jako WRV10 oraz WRV60.

Ocenę procesów wiązania i twardnienia określono przy użyciu metody ultradźwiękowej. Badanie polegało na rejestracji prędkości fali ultradźwiękowej, której wartość ulegała zmianie w trakcie wiązania materiału. Wyniki pomiarów w artykule obejmowały odczytaną z wykresów maksymalną prędkość fali ultradźwiękowej po 48 godzinach wiązania oraz czas indukcji. Za okres indukcji przyjęto czas podany w minutach, zmierzony od początku badania do momentu nagłej zmiany prędkości fali ultradźwiękowej.

3. Wyniki badań i ich analiza

Konsystencja wszystkich modyfikowanych zapraw była silnie zróżnicowana (rys. 1). Parametr ten kształtował się na poziomie między 12,1 cm (zaprawa ZD8) a 18,5 cm (zaprawa ZA2). Zaprawa wzorcowa dla porównania uzyskała rozpląw na poziomie 16,8 cm. Przy czym zgodnie z zaleceniami normowymi i praktycznymi wartość konsystencji w granicach 16÷17 cm poszczególne zaprawy uzyskały przy różnych zawartościach eteru. Na podstawie zestawionych wyników stwierdzono, że po osiągnięciu maksymalnej wartości rozpląwu (przy zawartości domieszki wynoszącej 1 g) we wszystkich przypadkach następuje proporcjonalny spadek konsystencji wraz ze wzrostem zawartości eteru. W przypadku zapraw modyfikowanych eterem celulozy w ilości 0,5 g wartość konsystencji kształtowała się na zbliżonym poziomie, tj. w granicach 16,3÷16,5 cm, co świadczy o podobnym działaniu domieszki bez względu na jej lepkość.

Zaprawa wzorcowa charakteryzowała się dużo niższym zatrzymaniem wody w porównaniu z materiałami modyfikowanymi (rys. 2), gdyż wskaźnik WRV zaprawy Z0 wynosił zaledwie 85% (co jest zjawiskiem niekorzystnym). Zaprawy z domieszką eteru celulozy uzyskały wartość tego parametru w zakresie

od 89,8% (zaprawa ZA1) do 100% (zaprawa ZC6). Wskaźnik WRV zapraw (zdolność do zatrzymywania wody) rośnie wraz ze wzrostem ilości domieszki eteru celulozy. Powyżej zawartości polimeru równej 2 g zaobserwowane ubytki wody są praktycznie niewielkie dla wszystkich zapraw, co jest zjawiskiem korzystnym szczególnie w przypadku aplikacji materiału na chłonne podłoże, przy zmiennych warunkach temperaturowo-wilgotnościowych czy w przypadku wypraw pocienionych (o grubości 3 mm). Przy mniejszych ilościach eteru celulozy wskaźnik WRV jest relatywnie proporcjonalny w stosunku do ilości domieszki, choć można zaobserwować, że w przypadku zapraw zawierających etery o lepkości 25000 mPa·s i 45000 mPa·s wskaźnik WRV jest wyraźnie większy. Z punktu widzenia samego zatrzymania wody w zaprawie, zapewniającego odpowiednie warunki wiązania i hydratacji cementu, korzystne byłoby zastosowanie eterów celulozy w ilości co najmniej 1,5 g i wysokiej lepkości.

Wyniki badań wskazują na zróżnicowane oddziaływanie eteru celulozy na konsystencję zapraw oraz ich zdolność do zatrzymywania wody. O ile parametr konsystencji możemy przyjąć zgodnie z wymaganiami w granicach 16÷17 cm (dobierając odpowiednią ilość wody), o tyle problem zatrzymania wody i wpływ tego parametru na właściwości świeżej, jak i stwardniałej zaprawy wymaga szerokiej analizy. Należy w tym wypadku wziąć pod uwagę wiele czynników, między innymi warunki i sposób aplikacji zaprawy czy chłonność podłoża. Wyniki przeprowadzonych doświadczeń mogą posłużyć pośrednio do oceny zachowania badanych zapraw pozostających w kontakcie z materiałami o zróżnicowanej chłonności.

Warto również zwrócić uwagę na fakt, iż zaprawy o wymaganej – określonej konsystencji, która warunkuje odpowiednie właściwości aplikacyjne zapraw, mają parametr zatrzymania wody (wskaźnik WRV) na poziomie silnie zróżnicowanym, przy różnych ilościach i lepkościach eteru (rys. 3). Wśród wszystkich badanych materiałów tylko 9 z 25 zapraw miało konsystencję zgodną z wymaganiami normowymi i założeniami praktycznymi.

Dodatkowo dla zapraw o wymaganej konsystencji wykonano badanie wskaźnika WRV60 oraz badanie metodą ultradźwiękową (tab. 4). Widać wyraźnie, że eter celulozy obniża prędkość fali ultradźwiękowej w trakcie badania, opóźnia zachodzące procesy wiązania i twardnienia zapraw. Im większa jego ilość w składzie zaprawy, tym niższa prędkość fali ultradźwiękowej, dłuższy okres indukcji – tym samym większe opóźnienie procesów wiązania i twardnie-

nia. Parametr WRV60 był najwyższy dla zaprawy z największą ilością eteru celulozy, dla której ubytek wody w trakcie całego badania był najmniejszy. Analizując wszystkie wyniki z tabeli 4, widać, że zaprawy o zbliżonej konsystencji charakteryzują się silnie zróżnicowanymi właściwościami użytkowymi, dlatego tak ważna jest kompleksowa ocena modyfikowanych materiałów i wpływu domieszki na poszczególne właściwości.

4. Wnioski

Przeprowadzone badania wskazują na zróżnicowane oddziaływanie eteru celulozy na konsystencję, zdolność do zatrzymywania wody oraz proces wiązania i twardnienia badanych zapraw cementowych. Zastosowanie polimerowej domieszki wpływa silnie na konsystencję zapraw. Wraz ze wzrostem ilości i lepkości domieszki widać wyraźną tendencję do zmniejszania się konsystencji zapraw przy jednoczesnym wzroście wskaźnika zatrzymania wody. Prezentowane wyniki badań wskazują, że eter celulozy zwiększa retencję wody, ale jednocześnie opóźnia procesy wiązania i twardnienia zapraw. Wybór rodzaju domieszki pod kątem jej ilości i lepkości powinien być poprzedzony dokładną analizą wpływu eteru celulozy nie tylko na właściwości normowe zaprawy w stanie plastycznym, ale także należy wziąć pod uwagę wpływ tej domieszki na parametry użytkowe modyfikowanych materiałów. Dopiero kompleksowa ocena badanych zapraw oraz poprawnie dobrane proporcje eteru celulozy pozwolą spełnić wymagania normowe oraz zapewnią odpowiednie właściwości techniczne.