



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0031530

(51)⁷ C07C 57/03; C04B 103/40; C04B 24/26; (13) B
C04B 40/00; C07C 51/083; C04B
103/30; C04B 28/02

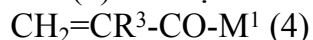
-
- (21) 1-2015-04066 (22) 18/04/2014
(86) PCT/KR2014/003390 18/04/2014 (87) WO/2014/193082 04/12/2014
(30) 10-2013-0061194 29/05/2013 KR; 10-2013-0088990 26/07/2013 KR
(45) 25/04/2022 409 (43) 25/03/2016 336A
(73) SILKROAD C&T (KR)
(Diplomatic Center, Seocho-dong) 9th Fl., 2558 Nambusunhwan-ro, Seocho-gu,
Seoul 137-070, Korea
(72) KIM, Bo Seung (KR); KIM, Su Il (KR); KIM, Jung Sun (KR); PARK, Kwang
Young (KR); CHA, Cheol Yong (KR).
(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)
-

(54) CHẤT PHỤ GIA XI MĂNG VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ CHẤT PHỤ GIA XI MĂNG NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến macromonome dùng để điều chế chất phụ gia xi măng, macromonome này có công thức (1) dưới đây:

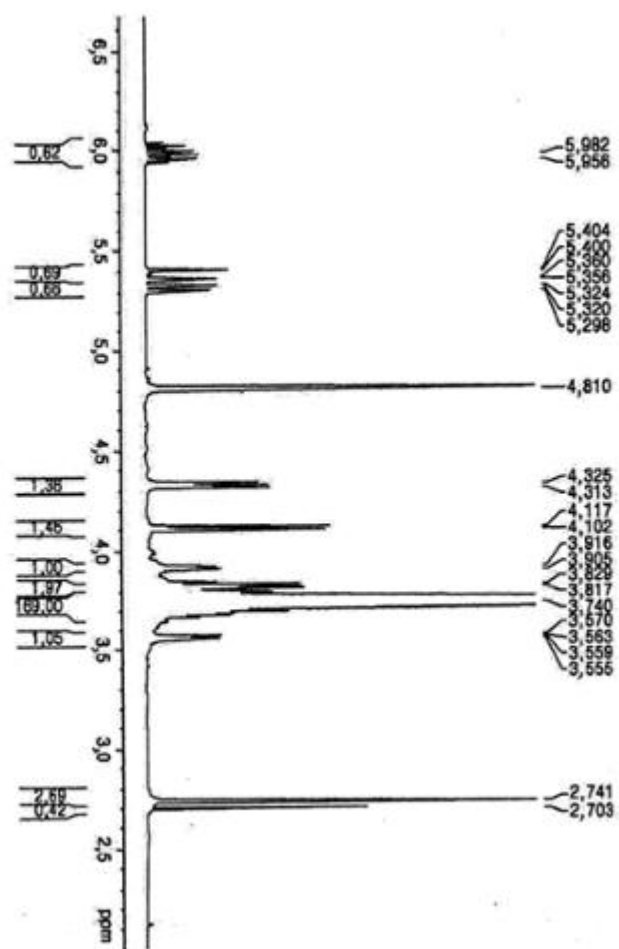


Sáng chế cũng đề cập đến chất phụ gia xi măng chứa copolyme của axit polycarboxylic được tạo ra từ macromonome và hydroxit có cấu trúc lớp kép. Copolyme của axit polycarboxylic có cấu tạo gồm (a) đơn vị cấu trúc được dẫn xuất từ macromonome nêu trên và (b) đơn vị cấu trúc được dẫn xuất từ monome acrylic có công thức (4) dưới đây:



Chất phụ gia xi măng nêu trên có độ phân tán, khả năng gia công và độ bền chống ăn mòn cao.

Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến phương pháp điều chế chất phụ gia xi măng nêu trên.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến macromonome dùng để điều chế chất phụ gia xi măng, phương pháp điều chế macromonome này, chất phụ gia xi măng chứa copolyme của axit polycarboxylic được tạo ra từ macromonome và hydroxit có cấu trúc lớp kép, và phương pháp điều chế chất phụ gia xi măng này. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến macromonome được dùng để điều chế chất phụ gia xi măng có độ phân tán và duy trì tính dễ gia công cao, và phương pháp điều chế chúng. Sáng chế cũng đề cập đến chất phụ gia xi măng chứa copolyme của axit polycarboxylic được tạo ra từ macromonome và hydroxit có cấu trúc lớp kép, và phương pháp điều chế chất phụ gia này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chất phụ gia xi măng là vật liệu được bổ sung vào bê tông khi trộn xi măng, cốt liệu, nước và các chất tương tự, để tạo ra hiệu quả đặc trưng. Chất phụ gia xi măng được phân loại thành chất phụ gia vô cơ và chất phụ gia hóa học, và chất phụ gia hóa học này được phân loại chủ yếu thành chất phụ gia cuốn khí (AE, air-entraining), chất phụ gia giảm nước và chất phụ gia giảm nước hiệu suất cao.

Thông thường, phần ngưng gốc melamin hoặc gốc naphtalen chủ yếu được dùng làm chất phụ gia giảm nước hiệu suất cao. Tuy nhiên, từ khi chất phụ gia trên cơ sở axit polycarboxylic (PCA) được phát triển ở thập niên 1990, việc sử dụng chất phụ gia trên cơ sở PCA ngày càng tăng do độ phân tán cao có thể đạt được ngay cả khi dùng lượng nhỏ hơn lượng chất phụ gia giảm nước gốc naphtalen thông thường, duy trì tính dễ gia công cao ngay cả với tỷ lệ giảm nước cao, và khả năng được điều biến cao cho phép chất phụ gia trên cơ sở PCA được tạo ra ở nhiều loại khác nhau bằng cách kiểm soát cấu trúc phân tử của nó.

Chất phụ gia trên cơ sở PCA có thể tạo ra cấu trúc phân tử ba chiều do mạch nhánh polyetylen oxit có trong cấu trúc polyme, và sự đẩy án ngữ không gian gây ra, nhờ đó phân tán các hạt xi măng, do đó hóa lỏng chế phẩm xi măng. Tuy nhiên, độ phân tán của các hạt xi măng giảm xuống theo thời gian do sự dính kết thứ hai của các hạt xi măng, sự đẩy giảm xuống, và các hiện tượng tương tự, do vậy làm mất tính dễ gia công. Để giải quyết vấn đề này, khi việc duy trì tính dễ gia công của chất phụ gia trên cơ sở PCA được cải thiện bằng cách điều biến cấu trúc phân tử của polyme, độ phân tán có thể được giảm đáng kể. Ngược lại, khi độ phân tán của chất phụ gia trên cơ sở PCA, mà vẫn không đạt yêu cầu, được cải thiện, thì việc duy trì tính dễ gia công của nó có thể bị giảm đáng kể.

Như được mô tả trên đây, do độ phân tán và việc duy trì tính dễ gia công của chất phụ gia trên cơ sở PCA là ở mối quan hệ cân bằng, rất khó để cải tiến đồng thời cả độ phân tán và duy trì tính dễ gia công. Vì vậy, khi được sử dụng, thì thường sử dụng rộng rãi chất phụ gia trên cơ sở PCA loại tác nhân phân tán và chất phụ gia trên cơ sở PCA loại duy trì tính dễ gia công, mà được điều chế riêng rẽ, được trộn với nhau theo tỷ lệ thích hợp.

Trong khi đó, với việc cải tạo đất ven biển và xây dựng các tòa nhà kiến trúc ở biển, thì việc xây dựng công trình bê tông ở biển được thực hiện mạnh mẽ. Ngoài ra, có nhu cầu sử dụng cát được rửa (cát từ biển), cát từ đất và các loại cát tương tự cũng như cát từ sông thích hợp để thu được cốt liệu. Tuy nhiên, với việc xây dựng các công trình bê tông ở biển và sử dụng cát được rửa, các ion clorua thấm vào các công trình bê tông, do đó gây ra sự ăn mòn ở các công trình bê tông này.

Chất phụ gia trên cơ sở PCA, chất phụ gia gốc naphtalen và chất phụ gia gốc melamin thường được sử dụng làm chất phụ gia xi măng hiện nay không còn phù hợp để ngăn ngừa sự ăn mòn công trình bê tông do khả năng chống ăn mòn không đủ. Ngoài ra, mặc dù phương pháp bổ sung chất chống ăn mòn vô cơ vào hợp phần bê tông đã được đề xuất, nhưng chất chống ăn mòn vô cơ gây hư hại tính dễ gia công của bê tông hoặc tạo ra khí sau khi đổ bê tông, do đó ăn mòn các công trình bê tông này.

Theo đó, patent Hàn Quốc số 1195825 bộc lộ phương pháp sản xuất chất phụ gia xi măng bằng cách trộn copolyme gốc polyuretan và hydroxit có cấu trúc lớp kép, và phương pháp này đã tạo ra độ bền chống ăn mòn đáng kể. Tuy nhiên, quá trình sản xuất chất phụ gia xi măng này bao gồm việc điều chế hợp chất uretan nhờ phản ứng cộng giữa dẫn xuất của diisoxyanat và diol, điều chế hợp chất (met)polyoxyalkylen uretan chưa bão hòa nhờ phản ứng giữa hợp chất uretan và axit hữu cơ chưa bão hòa hoặc rượu chưa bão hòa, và điều chế copolyme polyuretan bằng cách polyme hóa hợp chất (met)polyoxyalkylen uretan chưa bão hòa với monome hữu cơ anion chưa bão hòa. Sau đó, copolyme polyuretan được trộn với hydroxit có cấu trúc lớp kép. Như vậy, quá trình sản xuất chất phụ gia xi măng bao gồm nhiều giai đoạn phức tạp, phần lớn trong số chúng đòi hỏi các điều kiện gia công nghiêm ngặt như không khí chứa nhiều nito, do đó làm tăng chi phí sản xuất. Ngoài ra, trong khi chất phụ gia xi măng có tính chống ăn mòn cao, độ phân tán và việc duy trì tính dễ gia công của nó lại kém, và vì vậy, cần cải thiện các đặc tính này.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất monome dùng để điều chế chất phụ gia xi măng, trong đó chất phụ gia trên cơ sở axit polycarboxylic thu được có cả độ phân tán và duy trì tính dễ gia công nêu trên.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp điều chế monome.

Sáng chế cũng đề xuất chất phụ gia xi măng được điều chế một cách dễ dàng và có độ phân tán, duy trì tính dễ gia công và độ bền chống ăn mòn cao.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp điều chế chất phụ gia xi măng.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất hợp chất macromonome có công thức (1) dưới đây:



R^1 là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl; R^2 là nhóm $\text{C}_2\text{-C}_{10}$ alkylen hoặc nhóm $\text{C}_2\text{-C}_{10}$ alkenylen, nhóm alkylen hoặc alkenylen có thể được thế bằng nhóm

C₁-C₃ alkyl hoặc nhóm hydroxyl; m là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 tới 5; và n, số mol bổ sung trung bình của nhóm oxyetylen, là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 tới 150.

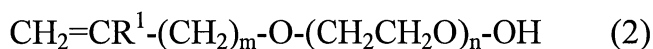
Theo một phương án làm ví dụ, R² có thể là nhóm C₂-C₅ alkylen hoặc nhóm C₂-C₅ alkenylen, trong đó nhóm alkylen hoặc alkenylen này có thể được thế bằng nhóm C₁-C₃ alkyl hoặc nhóm hydroxyl.

Theo một phương án làm ví dụ khác, R² có thể là nhóm C₂-C₅ alkylen, nhóm alkylen có thể được thế bằng nhóm C₁-C₃ alkyl hoặc nhóm hydroxyl.

Theo một phương án làm ví dụ khác, R² có thể được thế bằng nhóm methyl hoặc nhóm hydroxyl.

Theo một phương án làm ví dụ khác, m có thể là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 tới 3; và n, số mol bổ sung trung bình của nhóm oxyetylen, có thể là số nguyên nằm trong khoảng từ 7 tới 100.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp điều chế hợp chất macromonome dùng để điều chế chất phụ gia xi măng, phương pháp này bao gồm bước điều chế hợp chất macromonome có công thức (1) bằng cách cho (a) hợp chất có công thức (2) dưới đây phản ứng với (b) axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa có công thức (3), anhydrit của nó hoặc chất phụ gia của nó:



trong đó trong công thức (2), R¹ là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl; m là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 tới 5; n, số mol bổ sung trung bình của nhóm oxyetylen, là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 tới 150; và



trong công thức (3), R² là nhóm C₂-C₁₀ alkylen hoặc nhóm C₂-C₁₀ alkenylen, nhóm alkylen hoặc alkenylen có thể được thế bằng nhóm C₁-C₃ alkyl hoặc nhóm hydroxyl.

Theo một phương án làm ví dụ, thành phần (b) có thể là anhydrit của axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa có công thức (3), và phản ứng giữa thành phần (a) với thành phần (b) có thể được thực hiện đồng thời khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 55°C tới 70°C.

Theo một phương án làm ví dụ khác, thành phần (b) có thể là anhydrit của axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa có công thức (3), và phản ứng giữa thành phần (a) với thành phần (b) có thể được thực hiện mà không có dung môi và chất phụ gia trong các điều kiện khí quyển đồng thời khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 55°C tới 70°C.

Theo một phương án làm ví dụ khác, thành phần (b) có thể là axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa có công thức (3), và phản ứng giữa thành phần (a) với thành phần (b) có thể được thực hiện khi có mặt chất ức chế quá trình polyme hóa ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 75°C tới 95°C.

Theo một phương án làm ví dụ khác, chất ức chế quá trình polyme hóa có thể bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm chất ức chế quá trình polyme hóa gốc quinon, chất ức chế quá trình polyme hóa gốc alkylphenol, chất ức chế quá trình polyme hóa gốc amin, chất ức chế quá trình polyme hóa gốc N-oxyl và chất ức chế quá trình polyme hóa gốc đồng dithiocarbamat.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chất phụ gia xi măng bao gồm:

(A) copolyme của axit polycarboxylic bao gồm (a) đơn vị cấu trúc được dẫn xuất từ hợp chất macromonome có công thức (1) dưới đây, và (b) đơn vị cấu trúc được dẫn xuất từ monome acrylic có công thức (4) dưới đây; và (B) hydroxit có cấu trúc lớp kép có công thức (5) dưới đây và có cấu trúc xếp lớp:



trong đó trong công thức (1), R^1 , R^2 , m và n như được xác định nêu trên;



trong công thức (4), R^3 là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl; và M^1 là $-OM^2$ hoặc $-N(M^2)_2$; M^2 , mỗi trường hợp có thể giống hoặc khác nhau, là nguyên tử hydro hoặc nhóm C_1 - C_3 alkyl; và



trong công thức (5), M^{2+} là cation kim loại hóa trị hai; N^{3+} là cation kim loại hóa trị ba; A là chất hóa học anion mà được liên kết ion giữa các lớp của cấu trúc xếp lớp của hydroxit và có số điện tích là n; x là số lớn hơn 0 và nhỏ hơn 1; và y là số dương lớn hơn 0.

Theo một phương án làm ví dụ, trong công thức 1, R^2 có thể là nhóm C_2 - C_5 alkylen hoặc nhóm C_2 - C_5 alkenylen.

Theo một phương án làm ví dụ khác, trong công thức 1, m có thể là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 tới 3, và n có thể là số nguyên nằm trong khoảng từ 7 tới 100.

Theo một phương án làm ví dụ khác, đơn vị cấu trúc (b) có thể bao gồm hai hoặc nhiều cấu trúc được dẫn xuất từ hai hoặc nhiều monome acrylic có công thức (4) nêu trên.

Theo một phương án làm ví dụ khác, ở ít nhất một trong hai hoặc nhiều monome acrylic có công thức (4), M^1 có thể là $-OM^2$.

Theo một phương án làm ví dụ khác, hai hoặc nhiều monome acrylic có công thức (4) nêu trên có thể bao gồm ít nhất một monome acrylic có công thức (4), trong đó M^1 là $-OM^2$ và ít nhất một monome acrylic có công thức (4), trong đó M^1 là $-N(M^2)_2$.

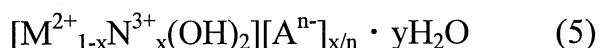
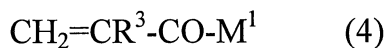
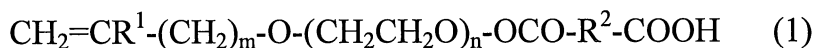
Theo một phương án làm ví dụ khác, tỷ lệ mol của đơn vị cấu trúc (a) với đơn vị cấu trúc (b) có thể nằm trong khoảng từ 10:90 tới 30:70.

Theo một phương án làm ví dụ khác, copolyme của axit polycarboxylic (A) có thể có trọng lượng phân tử (M_w , molecular weight) trung bình nằm trong khoảng từ 5000 tới 300000.

Theo một phương án làm ví dụ khác, M^{2+} có thể được chọn từ nhóm chỉ gồm Mg^{2+} , Ca^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} và Zn^{2+} , N^{3+} có thể được chọn từ nhóm chỉ gồm Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} , Ga^{3+} , In^{3+} , V^{3+} và Ti^{3+} , và A^{n-} có thể được chọn từ nhóm chỉ gồm NO_2^- , NO_3^- , CO_3^{2-} , OH^- , O^{2-} , SO_4^{2-} , halogenua, metalat và anion axit hữu cơ.

Theo một phương án làm ví dụ khác, lượng copolyme của axit polycarboxylic (A) có thể nằm trong khoảng từ 40% đến 95% trọng lượng, và lượng hydroxit có cấu trúc lớp kép (B) có thể nằm trong khoảng từ 5% đến 60% trọng lượng tính theo tổng trọng lượng của chất phụ gia xi măng.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất chất phụ gia xi măng, phương pháp này bao gồm các bước: (I) điều chế hợp chất macromonome có công thức (1) dưới đây bằng cách cho (a1) hợp chất có công thức (2) dưới đây phản ứng với (a2) axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa có công thức (3) dưới đây, anhydrit của nó hoặc hỗn hợp của nó; (II) điều chế (A) copolyme của axit polycarboxylic bằng cách cho (a) hợp chất macromonome phản ứng với (b) monome acrylic có công thức (4) dưới đây; (III) điều chế (B) hydroxit có cấu trúc lớp kép có công thức (5) dưới đây và có cấu trúc xếp lớp; và (IV) cho (A) copolyme của axit polycarboxylic phản ứng với (B) hydroxit có cấu trúc lớp kép,



trong đó trong các công thức 1 đến 5, mỗi phần tử thể như được xác định nêu trên.

Theo một phương án làm ví dụ, ở bước (I), thành phần (a2) có thể là anhydrit của axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa có công thức (3), và bước (I) có thể được thực hiện mà không có dung môi và chất phụ gia trong các

điều kiện khí quyển đồng thời khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 55°C tới 70°C.

Theo một phương án làm ví dụ khác, ở bước (I), thành phần (a2) có thể là axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa có công thức 3, và bước (I) có thể được thực hiện khi có mặt chất ức chế quá trình polyme hóa đồng thời khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 75°C tới 95°C.

Theo một phương án làm ví dụ khác, bước (II) có thể được thực hiện khi có mặt chất khơi mào quá trình polyme hóa, và chất khơi mào quá trình polyme hóa này có thể là chất khơi mào gốc peroxit.

Theo một phương án làm ví dụ khác, bước (IV) có thể được thực hiện ở nhiệt độ nhỏ hơn 50°C.

Các ưu điểm của sáng chế

Chất phụ gia xi măng có độ phân tán và duy trì tính dễ gia công cao có thể được điều chế sử dụng hợp chất macromonome có công thức (1) theo sáng chế.

Chất phụ gia xi măng theo sáng chế được điều chế bằng cách điều biến copolyme của axit polycarboxylic được sử dụng trong chất phụ gia trên cơ sở PCA thông thường và trộn copolyme của axit polycarboxylic được điều biến với hydroxit có cấu trúc lớp kép, và vì vậy, độ phân tán hoặc việc duy trì tính dễ gia công có thể được cải thiện trong khi vẫn duy trì đặc tính chống ăn mòn cao. Chất phụ gia xi măng tiết kiệm và hiệu quả do nó được sản xuất một cách đơn giản và dễ dàng.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

FIG. 1 là phổ ^1H -NMR của monome được điều chế theo ví dụ 1;

FIG. 2 là phổ ^1H -NMR của monome được điều chế theo ví dụ 2;

FIG. 3 là phổ ^1H -NMR của monome được điều chế theo ví dụ 3; và

FIG. 4 là phổ ^1H -NMR của monome được điều chế theo ví dụ 4.

Mô tả chi tiết sáng chế

Như được sử dụng trong bản mô tả, các thuật ngữ "alkylen" và "alkenylen" có thể bao gồm alkylen mạch thẳng hoặc phân nhánh và alkenylen mạch thẳng hoặc phân nhánh, tương ứng.

Như được sử dụng trong bản mô tả, biểu hiện “mà không có chất phụ gia” dùng để chỉ không sử dụng chất phụ gia bất kỳ, như chất khơi mào phản ứng, và chất trợ giúp phản ứng, ngoài các chất phản ứng góp phần vào cấu trúc hóa học của sản phẩm cuối.

Như được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ “chất phụ gia xi măng” nói chung dùng để chỉ vật liệu bất kỳ bổ sung vào xi măng, vữa, hoặc hợp phần bê tông để tạo ra hiệu suất đặc hiệu.

Ở dưới đây, monome để điều chế chất phụ gia xi măng, theo các phương án thực hiện sáng chế, sẽ được mô tả chi tiết.

Monome để điều chế chất phụ gia xi măng, theo sáng chế, là hợp chất có công thức 1 dưới đây:

[Công thức 1]



Ở công thức 1, R^1 là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl, tốt hơn là nhóm methyl.

Ở công thức 1, R^2 là nhóm C2-C10 alkylen hoặc nhóm C2-C10 alkenylen, tốt hơn là nhóm C2-C5 alkylen hoặc nhóm C2-C5 alkenylen, tốt hơn nữa là nhóm alkylen C2-C3 hoặc nhóm alkenylen C2-C3. Cụ thể là, R^2 có thể là nhóm alkylen, nghĩa là, nhóm C2-C10 alkylen, tốt hơn nữa là nhóm C2-C5 alkylen, và tốt nhất là nhóm alkylen C2-C3. Về mặt này, alkylen hoặc alkenylen được xác định là R^2 có thể được thế bằng nhóm C1-C3 alkyl hoặc nhóm hydroxyl, tốt hơn là bằng nhóm methyl hoặc nhóm hydroxyl, tốt hơn nữa là bằng nhóm methyl, và tốt nhất là không thể được thế.

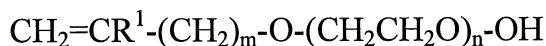
Ở công thức 1, m là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5, tốt hơn là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

Ở công thức 1, n, là số mol bổ sung trung bình của nhóm oxyetylen, là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 150, tốt hơn là số nguyên nằm trong khoảng từ 7 đến 100. Khi n lớn hơn 150, khả năng polyme hóa monome có thể bị giảm. Khi n nhỏ hơn 2, không thể thu được án ngữ không gian đủ để phân phối các hạt xi măng và không thể thu được độ trơn chảy cao.

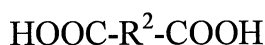
Sau đây, phương pháp điều chế monome để điều chế chất phụ gia xi măng, theo phương án thực hiện sáng chế, sẽ được mô tả chi tiết.

Phương pháp điều chế monome để điều chế chất phụ gia xi măng, theo sáng chế bao gồm việc điều chế hợp chất có công thức 1 ở trên bằng cách cho (a) hợp chất có công thức 2 dưới đây phản ứng với (b) axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa có công thức 3, anhydrit của nó, hoặc hỗn hợp của nó:

[Công thức 2]



[Công thức 3]



Ở các công thức 2 và 3, R^1 , R^2 , m, và n được xác định ở trên dựa vào công thức 1 ở trên.

Ví dụ về thành phần (b) có thể là axit suxinic, axit glutaric, axit maleic, axit fumaric, axit metyl glutaric, axit malic, và anhydrit của chúng.

Theo phương pháp theo sáng chế, khi thành phần (b) là anhydrit của axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa, phản ứng giữa thành phần (a) với thành phần (b) có thể được thực hiện đồng thời khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 55°C đến 70°C. Nhiệt độ phản ứng có thể tốt hơn là nằm trong khoảng từ 55°C đến 65°C. Phản ứng có thể được thực hiện mà không có dung môi và chất phụ gia trong các điều kiện khí quyển, và vì vậy rất tiết kiệm và hiệu quả.

Theo phương pháp theo sáng chế, khi thành phần (b) là axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa, phản ứng giữa thành phần (a) với thành phần (b) có thể được thực hiện khi có mặt chất ức chế quá trình polyme hóa đồng thời khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 75°C đến 95°C. Nhiệt độ phản ứng có thể tốt hơn là nằm trong khoảng từ 80°C đến 90°C. Bước phản ứng có thể được thực hiện khi có mặt dung môi dưới các điều kiện khí quyển.

Chất ức chế quá trình polyme hóa có thể bao gồm các chất ức chế quá trình polyme hóa sau đây: chất ức chế quá trình polyme hóa gốc quinon, như hydroquinon, metoxy hydroquinon, benzoquinon, và p-tert-butyl catechol; chất ức chế quá trình polyme hóa gốc alkylphenol, như 2,6-di-tert-butylphenol, 2,4-di-tert-butylphenol, 2-tert-butyl-4,6-dimethylphenol, 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol, và 2,4,6-tri-tert-butylphenol; chất ức chế quá trình polyme hóa gốc amin, như diphenylamin alkyl hóa, N,N'-diphenyl-p-phenyldiamin, và phenothiazin; chất ức chế quá trình polyme hóa gốc N-oxyl, như 4-hydroxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidin-N-oxyl; và chất ức chế quá trình polyme hóa gốc đồng dithiocarbamat, như đồng dimetyldithiocarbamat, đồng dietyldithiocarbamat, và đồng dibutyldithiocarbamat. Các chất này có thể được sử dụng riêng hoặc ở dạng hỗn hợp của ít nhất hai chất hóa học. Trong số chúng, chất ức chế quá trình polyme hóa gốc quinon và chất ức chế quá trình polyme hóa gốc N-oxyl có thể tốt hơn là được sử dụng, và hydroquinon, metoxy hydroquinon, benzoquinon, p-tert-butyl catechol, phenothiazin, và 4-hydroxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidin-N-oxyl có thể phù hợp. Lượng chất ức chế quá trình polyme hóa có thể được điều chỉnh thích hợp theo các loại thành phần (a). Tuy nhiên, lượng của nó có thể nằm trong khoảng từ 0,001 đến 5 phần trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,005 đến 1 phần trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,1 phần trọng lượng, dựa trên 100 phần trọng lượng của thành phần (a) bằng cách xem xét các ảnh hưởng ức chế polyme hóa, hiệu suất, năng suất, và hiệu quả chi phí.

Các dung môi sau đây có thể được sử dụng riêng hoặc ở dạng hỗn hợp của ít nhất hai chất hóa học của nó làm dung môi: hydrocacbon thơm, như benzen,

toluen, và xylen; hydrocacbon béo, như pentan, hexan, xyclohexan, và heptan; ete, như dietyl ete và diisopropyl ete; xeton, như axeton và metyletyl xeton; dung môi phân cực, như dimetyl formamit và dimetyl sulfoxit; hydrocacbon halogen hóa, như clorofom, metylen clorua, dicloetan, và clobenzen; etylen glycol dimetyl ete, etylen glycol dietyl ete, etylen glycol dipropyl ete, propylen glycol dimetyl ete, propylen glycol dietyl ete, dietylen glycol dimetyl ete, và dietylen glycol dietyl ete; etylen glycol monometyl ete axetat, etylen glycol monoetyl ete axetat, etylen glycol monopropyl ete axetat, etylen glycol monobutyl ete axetat, etylen glycol monophenyl ete axetat, dietylen glycol monometyl ete axetat, dietylen glycol monoetyl ete axetat, dietylen glycol monopropyl ete axetat, dietylen glycol monobutyl ete axetat, dietylen glycol monophenyl ete axetat, propylen glycol monometyl ete axetat, dipropylen glycol monoetyl ete axetat, propylen glycol monopropyl ete axetat, 2-metoxibutyl axetat, 3-metoxibutyl axetat, 4-metoxibutyl axetat, 2-metyl-3-metoxibutyl axetat, 3-metyl-3-metoxibutyl axetat, 3-etyl-3-metoxibutyl axetat, 2-etoxibutyl axetat, 4-etoxibutyl axetat, 4-propoxybutyl axetat, 2-metoxypentyl axetat, 3-metoxypentyl axetat, 4-metoxypentyl axetat, 2-metyl-3-metoxypentyl axetat, 3-metyl-3-metoxypentyl axetat, 3-metyl-4-metoxypentyl axetat, 4-metyl-4-metoxypentyl axetat, dimetyl glutarat, dimetyl suxinat, và dimetyl adipat; axeton, metyl etyl xeton, dietyl xeton, metyl isobutyl xeton, etyl isobutyl xeton, tetrahydrofuran, xyclohexanon, metyl propionat, etyl propionat, propyl propionat, isopropyl propionat, metyl-3-metoxy propionat, etyl-3-metoxy propionat, etyl-3-etoxi propionat, etyl-3-propoxy propionat, propyl-3-metoxypionat, isopropyl-3-metoxy propionat, metyl lactat, etyl lactat, propyl lactat, isopropyl lactat, butyl lactat, amyl lactat, etyl ethoxyaxetat, etyl oxyaxetat, metyl axetat, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat, isoamyl axetat, metyl cacbonat, etyl cacbonat, propyl cacbonat, butyl cacbonat, metyl pyruvat, etyl pyruvat, propyl pyruvat, butyl pyruvat, metyl axetoaxetat, etyl axetoaxetat, benzyl metyl ete, benzyl etyl ete, dihexyl ete, benzyl axetat, etyl benzoat, dietyl oxalat, dietyl malat, và γ -butyrolacton. Dung

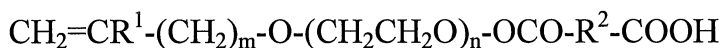
môi có thể được bổ sung với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến khoảng 15% trọng lượng, tốt hơn là khoảng 10% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng các chất phản ứng.

Chất phụ gia trên cơ sở axit polycarboxylic (PCA), đồng thời sản phẩm loại tác nhân phân tán và sản phẩm loại duy trì tính dễ gia công, có các đặc tính chung trong đó chúng được điều chế bằng cách polyme hóa monome chưa bão hòa bao gồm đơn vị polyoxyalkylen và monome chưa bão hòa gốc axit monocarboxylic. Hợp chất macromonome có công thức 1 theo sáng chế là monome chưa bão hòa bao gồm đơn vị polyoxyalkylen. Hợp chất macromonome theo sáng chế được sự polyme hóa với monome chưa bão hòa gốc axit monocarboxylic để tạo thành copolyme, và copolyme được sử dụng để tạo thành chất phụ gia xi măng. Monome chưa bão hòa gốc axit monocarboxylic và phương pháp polyme hóa không được giới hạn cụ thể.

Sau đây, (A) copolyme của axit polycarboxylic bao gồm (a) cấu trúc của dẫn xuất của hợp chất macromonome và (b) cấu trúc của dẫn xuất của acrylic monome; và (B) hydroxit có cấu trúc lớp kép có trong chất phụ gia xi măng theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết.

Hợp chất macromonome để tạo thành đơn vị cấu trúc (a) theo sáng chế là hợp chất có công thức 1 dưới đây:

[Công thức 1]



Ở công thức 1, R^1 là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl, tốt hơn là nhóm methyl.

Ở công thức 1, R^2 là nhóm C2-C10 alkylen hoặc nhóm C2-C10 alkenylen, tốt hơn là nhóm C2-C5 alkylen hoặc nhóm C2-C5 alkenylen, tốt hơn nữa là nhóm alkylen C2-C3 hoặc nhóm alkenylen C2-C3. Cụ thể là, R^2 có thể là nhóm alkylen, tức là, nhóm C2-C10 alkylen, tốt hơn nữa là nhóm C2-C5 alkylen, và tốt nhất là nhóm alkylen C2-C3. Về mặt này, nhóm alkylen hoặc nhóm alkenylen được xác định là R^2 có thể được thế bằng nhóm C1-C3 alkyl hoặc nhóm hydroxyl,

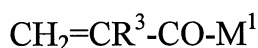
tốt hơn là bằng nhóm metyl hoặc nhóm hydroxyl, tốt hơn nữa là bằng nhóm metyl, và tốt nhất là không thể được thế.

Ở công thức 1, m là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5, tốt hơn là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

Ở công thức 1, n, mà là số mol bổ sung trung bình của nhóm oxyetylen, là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 150, tốt hơn là số nguyên nằm trong khoảng từ 7 đến 100. Khi n lớn hơn 150, khả năng polyme hóa có thể bị giảm. Khi n nhỏ hơn 2, độ trơn chảy cao không thể thu được.

Monome acrylic được sử dụng để tạo thành đơn vị cấu trúc (b) dùng trong bản mô tả là hợp chất có công thức 4 dưới đây:

[Công thức 4]



Ở công thức 4, R^3 là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl.

Ở công thức 4, M^1 là $-\text{OM}^2$ hoặc $-\text{N}(\text{M}^2)_2$, tốt hơn là $-\text{OM}^2$ hoặc $-\text{NH}(\text{M}^2)$. Ở đây, M^2 , mỗi trường hợp có thể là giống hoặc khác nhau, là nguyên tử hydro hoặc nhóm C1-C3 alkyl, tốt hơn là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl.

Đơn vị cấu trúc (b) có thể bao gồm hai hoặc nhiều cấu trúc của dẫn xuất của hai hoặc nhiều monome acrylic có công thức 4 ở trên. Tốt hơn là, ít nhất một M^1 là $-\text{OM}^2$ ở hai hoặc nhiều monome acrylic có công thức 4. Cụ thể là, hai hoặc nhiều đơn vị cấu trúc (b) có thể bao gồm hai hoặc nhiều monome acrylic có công thức 4 trong đó M^1 là $-\text{OM}^2$, hoặc có thể bao gồm ít nhất một monome acrylic có công thức 4 trong đó M^1 là $-\text{OM}^2$ và ít nhất một monome acrylic có công thức 4 trong đó M^1 là $-\text{N}(\text{M}^2)_2$. Ví dụ, đơn vị cấu trúc (b) có thể bao gồm hai cấu trúc của dẫn xuất của hai monome acrylic có công thức 4 trong đó M^1 là $-\text{OM}^2$, trong đó tất cả hai M^2 có thể là nguyên tử hydro (trong trường hợp này, R^3 là nguyên tử hydro ở một monome acrylic, và R^3 là nhóm metyl ở monome acrylic khác), hoặc một M^2 có thể là nguyên tử hydro và M^2 khác có thể là nhóm C1-C3 alkyl. Là các ví dụ khác, đơn vị cấu trúc (b) có thể bao gồm hai đơn vị cấu trúc bao gồm

một cấu trúc của dẫn xuất của monome acrylic có công thức 4 trong đó M^1 là $-OM^2$ và đơn vị cấu trúc khác được dẫn xuất từ monome acrylic có công thức 4 trong đó M^1 là $-NH(M^2)$.

Khi đơn vị cấu trúc (b) bao gồm hai hoặc nhiều đơn vị cấu trúc (b) được dẫn xuất từ hai hoặc nhiều monome acrylic có công thức 4, tỷ lệ hợp phần của mỗi monome acrylic không được giới hạn cụ thể. Tuy nhiên, ví dụ, khi hai monome acrylic được sử dụng, tỷ lệ hợp phần của nó có thể nằm trong khoảng từ 90:10 đến 10:90, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 80:20 đến 20:80, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 75:25 đến 25:75 theo tỷ lệ mol.

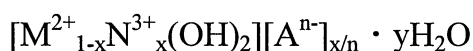
Tỷ lệ mol của đơn vị cấu trúc (a) với đơn vị cấu trúc (b) có thể nằm trong khoảng từ 10:90 đến 30:70, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15:85 đến 25:75.

Trọng lượng phân tử trung bình theo trọng lượng của copolyme của axit polycarboxylic (A) bao gồm đơn vị cấu trúc (a) và (b) theo sáng chế không được giới hạn cụ thể, nhưng có thể nằm trong khoảng từ 5000 đến 300000, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 7000 đến 100000, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 9000 đến 80000, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 10000 đến 70000. Khi trọng lượng phân tử trung bình theo trọng lượng nằm trong các khoảng trên, chất phụ gia xi măng có thể có độ phân tán và tính dễ gia công cao.

Chất phụ gia xi măng theo sáng chế có thể bao gồm copolyme của axit polycarboxylic (A) riêng hoặc hỗn hợp của ít nhất hai chất. Ngoài ra, chất phụ gia xi măng theo sáng chế có thể còn bao gồm polyme khác đã biết bất kỳ cho chất phụ gia xi măng, như polyme trên cơ sở axit polycarboxylic thông thường, polyme gốc naphthalen, polyme gốc melamin, và polyme gốc polyuretan, ngoài copolyme của axit polycarboxylic (A).

Hydroxit có cấu trúc lớp kép (B) được sử dụng trong bản mô tả là hợp chất có công thức 5 dưới đây:

[Công thức 5]



Ở công thức 5, M^{2+} là cation kim loại hóa trị hai. Ví dụ, M^{2+} có thể được chọn từ nhóm bao gồm Mg^{2+} , Ca^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , và Zn^{2+} . N^{3+} là cation kim loại hóa trị ba. Ví dụ, N^{3+} có thể được chọn từ nhóm bao gồm Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} , Ga^{3+} , In^{3+} , V^{3+} , và Ti^{3+} . A là chất hóa học anion được liên kết ion giữa các lớp của cấu trúc xếp lớp của hydroxit có cấu trúc lớp kép và có số điện tích là n. Ví dụ, A^{n-} có thể được chọn từ nhóm bao gồm NO_2^- , NO_3^- , CO_3^{2-} , OH^- , O^{2-} , SO_4^{2-} , halogenua, metalat, và anion axit hữu cơ, tốt hơn là NO_2^- . X lớn hơn 0 và nhỏ hơn 1, và y là số dương lớn hơn 0.

Hydroxit có cấu trúc lớp kép (B) có thể có khoảng cách lớp xen nằm trong khoảng từ 7 đến khoảng 9 Å và kích thước nằm trong khoảng từ 300 đến khoảng 500 nm.

Ngoài ra, ở chất phụ gia xi măng theo sáng chế, copolyme của axit polycarboxylic (A) và hydroxit có cấu trúc lớp kép (B) có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 95% trọng lượng và từ 5 đến 60% trọng lượng, tương ứng, dựa trên tổng trọng lượng của chất phụ gia xi măng. Khi lượng hydroxit có cấu trúc lớp kép (B) nằm trong khoảng 60% trọng lượng hoặc nhỏ hơn, chất phụ gia xi măng có thể có độ phân tán và duy trì tính dễ gia công cao. Trong khi đó, để ngăn ngừa sự tách pha của copolyme của axit polycarboxylic (A) và hydroxit có cấu trúc lớp kép (B), hydroxit có cấu trúc lớp kép (B) có thể được bổ sung một lượng là 50% trọng lượng hoặc nhỏ hơn. Theo đó, copolyme của axit polycarboxylic (A) và hydroxit có cấu trúc lớp kép (B) có thể được bao gồm với các lượng nằm trong khoảng từ 50 đến 95% trọng lượng và nằm trong khoảng từ 5 đến 50% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 90% trọng lượng và nằm trong khoảng từ 10 đến 50% trọng lượng, tương ứng, dựa trên tổng trọng lượng chất phụ gia xi măng. Nếu sự tách pha giữa copolyme của axit polycarboxylic (A) và hydroxit có cấu trúc lớp kép (B) xảy ra, sự tách pha có thể được loại bỏ bằng cách khuấy trong hoặc sau khi thêm chất phụ gia xi măng vào hợp phần bê tông.

Phương pháp sản xuất chất phụ gia xi măng, theo sáng chế, bao gồm các bước sau:

(I) điều chế hợp chất macromonome có công thức 1 ở trên bằng cách cho (a1) hợp chất có công thức 2 dưới đây phản ứng với (a2) axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa có công thức 3 dưới đây, anhydrit của nó, hoặc hỗn hợp của nó;

(II) điều chế (A) copolyme của axit polycarboxylic bằng cách cho (a) hợp chất macromonome phản ứng với (b) monome acrylic có công thức 4 ở trên;

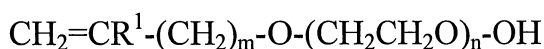
(III) điều chế (B) hydroxit có cấu trúc lớp kép có công thức 5 ở trên và có cấu trúc xếp lớp; và

(IV) cho (A) copolyme của axit polycarboxylic phản ứng với (B) hydroxit có cấu trúc lớp kép:

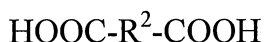
[Công thức 1]



[Công thức 2]



[Công thức 3]



Ở các công thức 1 và 2, R^1 , R^2 , m, và n như được xác định ở trên đối với công thức 1 ở trên.

Ở bước (I), ví dụ về thành phần (a2) có thể bao gồm axit succinic, axit glutaric, axit maleic, axit fumaric, axit methyl glutaric, axit malic, và anhydrit của chúng. Thành phần (a2) có thể được sử dụng với lượng khoảng 1 đương lượng (eq.) tương ứng với thành phần (a1).

Ở bước (I), khi thành phần (a2) là anhydrit của axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa, bước (I) có thể được thực hiện đồng thời khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 55°C đến 70°C. Nhiệt độ phản ứng có thể tốt hơn là nằm trong khoảng từ 55°C đến 65°C. Bước (I) có thể được thực hiện mà không có

dung môi và chất phụ gia dưới các điều kiện khí quyển và vì vậy tiết kiệm và hiệu quả.

Ở bước (I), khi thành phần (a2) là axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa, bước (I) có thể được thực hiện đồng thời khuấy khi có mặt chất ức chế quá trình polyme hóa ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 75°C đến 95°C. Nhiệt độ phản ứng có thể tốt hơn là nằm trong khoảng từ 80°C đến 90°C. Bước (I) có thể được thực hiện khi có mặt dung môi trong các điều kiện khí quyển.

Ví dụ về chất ức chế quá trình polyme hóa có thể bao gồm các chất sau: chất ức chế quá trình polyme hóa gốc quinon, như hydroquinon, metoxy hydroquinon, benzoquinon, và p-tert-butyl catechol; chất ức chế quá trình polyme hóa gốc alkylphenol, như 2,6-di-tert-butylphenol, 2,4-di-tert-butylphenol, 2-tert-butyl-4,6-dimethylphenol, 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol, và 2,4,6-tri-tert-butylphenol; chất ức chế quá trình polyme hóa gốc amin, như diphenylamin alkyl hóa, N,N'-diphenyl-p-phenylenediamin, và phenothiazin; chất ức chế quá trình polyme hóa gốc N-oxyl, như 4-hydroxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidin-N-oxyl; và chất ức chế quá trình polyme hóa gốc đồng dithiocarbamat, như đồng dimetyldithiocarbamat, đồng dietyldithiocarbamat, và đồng dibutyldithiocarbamat. Các chất này có thể được sử dụng riêng hoặc kết hợp ít nhất hai chất hóa học. Trong số chúng, chất ức chế quá trình polyme hóa gốc quinon và chất ức chế quá trình polyme hóa gốc N-oxyl có thể tốt hơn là được sử dụng, và hydroquinon, metoxy hydroquinon, benzoquinon, p-tert-butyl catechol, phenothiazin, và 4-hydroxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidin-N-oxyl có thể phù hợp. Lượng chất ức chế quá trình polyme hóa có thể được điều chỉnh thích hợp theo các loại của thành phần (a1) và có thể tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 5 phần trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,005 đến 1 phần trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,1 phần trọng lượng, dựa trên 100 phần trọng lượng của thành phần (a1) bằng cách xem xét các ảnh hưởng ức chế polyme hóa, hiệu suất, năng suất, và hiệu quả chi phí.

Khi dung môi được sử dụng ở bước (I), dung môi này có thể, nhưng không bị giới hạn ở, nước, hydrocacbon thơm hoặc béo như benzen, toluen, xylen, xyclohexan, và n-hexan, hợp chất gốc ete như tetrahydrofuran và đioxan, hợp chất gốc xeton như axeton và metyletyl xeton, rượu như rượu metyl, rượu etyl, và rượu isopropyl, etyl axetat, dimetyl formamit, clorofom, và metylen clorua. Dung môi này có thể được sử dụng riêng hoặc kết hợp ít nhất hai chất hóa học. Mặc dù lượng dung môi không được giới hạn cụ thể miễn là đủ cho phản ứng, dung môi có thể được bổ sung với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 15% trọng lượng, tốt hơn là khoảng 10% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng các chất phản ứng.

Ở bước (II), hợp chất macromonome (a) và monome acrylic (b) có thể được sử dụng với cùng lượng mô tả ở trên có tham chiếu đến chất phụ gia xi măng.

Bước (II) có thể được thực hiện trong các điều kiện khí quyển. Vì vậy, do các điều kiện nghiêm ngặt như môi trường nitơ không bị đòi hỏi, phương pháp này sẽ hiệu quả và tiết kiệm.

Ngoài ra, ở bước (II), nước có thể được sử dụng làm dung môi, và lượng dung môi có thể được xác định sao cho dung dịch nước bao gồm tất cả các chất phản ứng bao gồm hợp chất macromonome (a) và monome acrylic (b) có nồng độ là 50%.

Ngoài ra, bước (II) có thể được thực hiện khi có mặt chất khơi mào quá trình polyme hóa. Nếu bị đòi hỏi, thành phần bổ sung khác bất kỳ, ví dụ, chất chuyển mạch, có thể còn được bổ sung vào phản ứng.

Chất khơi mào quá trình polyme hóa có thể là chất khơi mào quá trình polyme hóa đã biết bất kỳ, ví dụ, hợp chất persulfat như amoni persulfat, natri persulfat, và kali persulfat; hydro peroxit; hợp chất azo như azobis-2-metylpropion amidin hydroclorua và azoisobutyronitril; và hợp chất peroxit như benzoyl peroxit, lauroyl peroxit, cumen hydroperoxit, và t-amyl peroxy-2-etylhexanoat, tốt hơn là hợp chất peroxit. Chất khơi mào quá trình

polyme hóa có thể được sử dụng riêng hoặc dưới dạng hỗn hợp của ít nhất hai chất hóa học với lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 2% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của tất cả các chất phản ứng được sử dụng ở phản ứng của bước (II).

Chất chuyển mạch có thể là chất chuyển mạch đã được biết bất kỳ, ví dụ, chất chuyển mạch gốc thiol như mercaptoetanol, thioglyxerol, axit thioglycolic, axit mercaptopropionic, axit 2-mercaptopropionic, axit 3-mercaptopropionic, octyl thioglycolat, octyl 3-mercaptopropionat, axit 2-mercaptopropanesulfonic, n-dodecyl mercaptan, octyl mercaptan, và butylthioglycolat; halogenua như carbon tetrachlorua, carbon tetrabromit, metylen clorua, bromofom, và bromotricloetan; hợp chất hydrocacbon chưa bão hòa như α -metylstyren dime, α -terpinen, dipenten, và terpinolen; rượu bậc nhất như 2-aminopropan-1-ol; rượu bậc hai như isopropanol; axit phosphorơ, axit hypophosphorơ, và muối của chúng; và sulfit, bisulfit, dithionit, metabisulfit, và muối của chúng. Chất chuyển mạch có thể được sử dụng riêng hoặc dưới dạng hỗn hợp của ít nhất hai chất hóa học với lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 2% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của tất cả các chất phản ứng được sử dụng ở phản ứng của bước (II).

Ở bước (II), nhiệt độ polyme hóa và thời gian polyme hóa có thể được chọn thích hợp theo phương pháp polyme hóa và các loại chất khơi mào quá trình polyme hóa và chất chuyển mạch. Nói chung, nhiệt độ polyme hóa có thể nằm trong khoảng từ 0 đến 180°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 40°C đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 60°C đến 120°C. Ngoài ra, thời gian polyme hóa có thể nằm trong khoảng từ 0,5 đến 24 tiếng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 12 tiếng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2 đến 10 tiếng.

Khi sự polyme hóa hoàn thành ở bước (II), độ pH có thể được điều chỉnh để nằm trong khoảng từ 2,5 đến 6,5 bằng cách sử dụng chất điều chỉnh độ pH thích hợp. Độ pH có thể nằm trong khoảng từ 4 đến 6 khi xem xét tính tiện lợi xử lý hoặc độ phân tán của chất phụ gia xi măng được điều chế từ đó. Chất điều chỉnh độ pH có thể là hydroxit của kim loại đơn hóa trị, hydroxit của kim loại

hóa trị hai, cacbonat của kim loại đơn hóa trị, cacbonat của kim loại hóa trị hai, amoni, amin hữu cơ, và tương tự. Ví dụ, natri hydroxit có thể được sử dụng.

Bước (II) tốt hơn là được thực hiện sao cho copolyme của axit polycarboxylic (A) thu được ở bước (II) có thể có tỷ lệ chuyển hóa là 70% hoặc lớn hơn, như được đo bằng sắc ký lọc gel (gel permeation chromatography - GPC). Khi tỷ lệ chuyển hóa nhỏ hơn 70%, khả năng chống ăn mòn không thể thu được đủ do trao đổi ion giữa anion trong của hydroxit có cấu trúc lớp kép và anion không phản ứng của copolyme của axit polycarboxylic (A).

Ở bước (III), hydroxit có cấu trúc lớp kép (B) có thể được điều chế bằng cách sử dụng phương pháp đã biết và thường được tổng hợp bằng phản ứng thế giữa kim loại hóa trị hai và kim loại hóa trị ba.

Ở bước (IV), copolyme của axit polycarboxylic (A) và hydroxit có cấu trúc lớp kép (B) có thể được sử dụng với lượng giống như được mô tả ở trên có tham chiếu đến chất phụ gia xi măng.

Bước (IV) có thể được thực hiện ở nhiệt độ nhỏ hơn 50°C. Khi nhiệt độ ở 50°C hoặc lớn hơn, cấu trúc của hydroxit có cấu trúc lớp kép (B) có thể bị phá hủy. Giới hạn dưới của nhiệt độ dung hợp của bước (IV) không được giới hạn cụ thể, nhưng có thể là 0°C hoặc lớn hơn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, một hoặc nhiều phương án theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết có tham chiếu đến các ví dụ và ví dụ so sánh dưới đây. Các ví dụ và ví dụ so sánh này không nhằm giới hạn mục đích và phạm vi của một hoặc nhiều phương án.

[Chế phẩm từ monome theo sáng chế]

Ví dụ 1

1000 g hợp chất có công thức $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{OH}$ (có trọng lượng phân tử trung bình theo trọng lượng là 2400) và 41,7 g succinic anhydrit được bổ sung vào bình phản ứng được trang bị máy khuấy và nhiệt kế, và bình phản ứng này được đun nóng từ từ đến 60°C. Sau khi được đun nóng đến

60°C, hỗn hợp được khuấy trong các điều kiện khí quyển ở 90 vòng/phút trong 5 tiếng để thu được nguyên liệu pha lỏng trong suốt màu vàng nhạt với hiệu suất là 95%. Phổ $^1\text{H-NMR}$ của monome thu được được thể hiện trên FIG.1.

Ví dụ 2

1000 g hợp chất có công thức $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{OH}$ (có trọng lượng phân tử trung bình theo trọng lượng là 2400) và 41,7 g succinic anhydrit được bổ sung vào bình phản ứng được trang bị máy khuấy và nhiệt kế, và bình phản ứng này được đun nóng từ từ đến 60°C. Sau khi được đun nóng đến 60°C, hỗn hợp được khuấy trong các điều kiện khí quyển ở 90 vòng/phút trong 5 tiếng để thu được nguyên liệu pha lỏng trong suốt với hiệu suất là 90%. Phổ $^1\text{H-NMR}$ của monome thu được được thể hiện trên FIG.2.

Ví dụ 3

1000 g hợp chất có công thức $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{OH}$ (có trọng lượng phân tử trung bình theo trọng lượng là 2400) và 40,8 g maleic anhydrit được bổ sung vào bình phản ứng được trang bị với máy khuấy và nhiệt kế, và bình phản ứng này được đun nóng từ từ đến 60°C. Sau khi được đun nóng đến 60°C, hỗn hợp được khuấy trong các điều kiện khí quyển ở 90 vòng/phút trong 5 tiếng để thu được nguyên liệu pha lỏng trong suốt với hiệu suất là 50%. Phổ $^1\text{H-NMR}$ của monome thu được được thể hiện trên FIG.3.

Ví dụ 4

1000 g hợp chất có công thức $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{OH}$ (có trọng lượng phân tử trung bình theo trọng lượng là 2400) và 40,8 g maleic anhydrit được bổ sung vào bình phản ứng được trang bị với máy khuấy và nhiệt kế, và bình phản ứng này được đun nóng từ từ đến 60°C. Sau khi được đun nóng đến 60°C, hỗn hợp được khuấy trong các điều kiện khí quyển ở 90 vòng/phút trong 5 tiếng để thu được nguyên liệu pha lỏng trong suốt màu vàng nhạt với hiệu suất là 50%. Phổ $^1\text{H-NMR}$ của monome thu được được thể hiện trên FIG.4.

[Điều chế chất phụ gia xi măng]

Ví dụ điều chế 1

15,3% trọng lượng axit acrylic, 13,4% trọng lượng axit metacrylic, 0,1% trọng lượng 2-mercaptoetanol làm chất chuyển mạch, và 1,2% trọng lượng t-amyl peroxy-2-etylhexanoat làm chất khơi mào quá trình hữu cơ được bổ sung nhỏ giọt từ từ tới 70% trọng lượng monome được điều chế theo ví dụ 1, và hỗn hợp được khuấy ở 95°C trong 6 tiếng. Khi phản ứng hoàn toàn, polyme thu được được làm mát đến 60°C, và soda kiềm được bổ sung vào đó trong các điều kiện khí quyển để điều chỉnh độ pH của hỗn hợp thu được tới 4,5. Polyme được sản xuất với hiệu suất là 73%, và trọng lượng phân tử (M_w) của polyme là 44000 (độ nhớt: 410 ± 30 cps).

Ví dụ điều chế 2

Polyme được điều chế theo cùng cách như ở ví dụ điều chế 1, ngoài việc monome được điều chế theo ví dụ 2 thay vì ví dụ 1, được sử dụng và hydroperoxit được sử dụng làm chất khơi mào quá trình hữu cơ. Polyme được sản xuất với hiệu suất là 76%, và trọng lượng phân tử (M_w) của polyme là 50000 (độ nhớt: 450 ± 30 cps).

Ví dụ điều chế so sánh 1

Polyme được điều chế theo cùng cách như ở ví dụ điều chế 1, ngoài việc hợp chất có công thức $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{OH}$ (có trọng lượng phân tử trung bình theo trọng lượng là 2400) được sử dụng thay vì monome được điều chế theo ví dụ 1. Polyme được sản xuất với hiệu suất là 79%, và trọng lượng phân tử (M_w) của polyme là 44000 (độ nhớt: 430 ± 30 cps).

[Đánh giá hiệu suất của bê tông]

Hợp phần xi măng có các thành phần được thể hiện ở bảng 1 được điều chế:

[Bảng 1]

W/b (%)	S/A (%)	Đơn vị trọng lượng (kg/m ³)							AD(%)
		Nước	Xi măng	Bột xi	Tro bay	Cát được rửa	Cát được nghiền	Cốt liệu thô 25 mm	
45,2	46	165	292	-	73	461	310	920	0,9

Ở bảng 1, W/b biểu thị tỷ lệ của nước với chất liên kết (tức là, xi măng + tro bay),

S/A biểu thị tỷ lệ của cát với cốt liệu thô, và

AD biểu thị lượng chất phụ gia xi măng dựa trên tổng trọng lượng của chất liên kết.

Trong bản mô tả, xi măng có sẵn dưới tên thương mại là CHEONMAPYO CEMENT từ SUNGSHIN CEMENT Co., Ltd. được sử dụng làm xi măng, và tro bay từ Taean Electric Power Plant ở Taean-gun, Chungchongnam-do, Hàn Quốc được sử dụng làm tro bay.

Hợp phần xi măng bao gồm các thành phần được nêu trong bảng 1 được điều chế và pha trộn để tạo ra bê tông. Bê tông được nạp trong côn thử độ chảy vừa có đường kính là 20 cm và chiều cao là 30 cm, và côn thử độ chảy vừa này được nâng thẳng đứng. Đường kính của bê tông tráng trên bàn dẫn thử độ lưu động được đo ở hai chiều, và trung bình của nó được sử dụng làm hằng số chảy (mm). Hằng số chảy được đo ở giai đoạn đầu của bước trộn, ở 30 phút sau khi trộn, và 60 phút sau khi trộn được thể hiện ở bảng 2 dưới đây.

[Bảng 2]

	Hằng số chảy (mm)			Duy trì độ trơn chảy (hằng số chảy cuối/hằng số chảy thứ nhất)
	Ban đầu	Sau 30 phút	Sau 60 phút	
Trường hợp trong đó chất phụ gia xi măng theo ví dụ	480	460	430	0,90

điều chế 1 được sử dụng				
Trường hợp trong đó chất phụ gia xi măng theo ví dụ điều chế 2 được sử dụng	520	480	440	0,85
Trường hợp trong đó chất phụ gia xi măng theo ví dụ điều chế so sánh 1 được sử dụng	435	407	360	0,83

Như được thể hiện ở bảng 2, khi chất phụ gia xi măng được điều chế theo ví dụ điều chế 1 và ví dụ điều chế 2 sử dụng monome theo sáng chế được sử dụng, thu được bê tông có sự duy trì độ trơn chảy được cải thiện (tức là, duy trì tính dễ gia công) và độ trơn chảy ban đầu được cải thiện (tức là, độ phân tán). Như vậy, sự cải thiện ở cả việc duy trì tính dễ gia công và độ phân tán là kết quả đáng ngạc nhiên vì đã biết rằng độ phân tán và tính dễ gia công có mối quan hệ cân bằng ở chất phụ gia xi măng trên cơ sở PCA trong đó sự cải thiện ở một đặc tính gây ra sự biến đổi đáng kể ở đặc tính khác.

[Điều chế chất phụ gia xi măng theo sáng chế]

Ví dụ 5

(1) Điều chế hợp chất macromonome có công thức 1

1000 g hợp chất có công thức $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{OH}$ (có trọng lượng phân tử trung bình theo trọng lượng là 2400) được bổ sung vào bình phản ứng được trang bị nhiệt kế, và 1 eq. succinic anhydrit được bổ sung vào đó. Các chất phản ứng được đun nóng từ từ đến 60°C và được khuấy trong các điều kiện khí quyển ở khoảng 90 vòng/phút trong 5 giờ để thu được vật liệu pha lỏng trong suốt màu vàng nhạt với hiệu suất là 95%.

(2) Điều chế copolyme của axit polycarboxylic

Bình phản ứng được trang bị nhiệt kế và hai phễu nhỏ giọt được đun nóng đến 95°C . Dung dịch được điều chế bằng cách trộn 760,00 g hợp chất macromonome thu được, 65,72 g axit acrylic, 26,17 g axit metacrylic, và 0,2%

trọng lượng 2-mercaptoetanol làm chất chuyển mạch (% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của hợp chất monome đại phân tử, axit acrylic, và axit metacrylic là 100% trọng lượng) được bổ sung vào một phễu nhỏ giọt, và 0,1% trọng lượng t-amyl peroxy-2-ethylhexanoat làm chất khơi mào quá trình polyme hóa (% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của hợp chất macromonome, axit acrylic, và axit metacrylic là 100% trọng lượng) được bổ sung vào phễu nhỏ giọt khác. Sau đó, chúng được bổ sung nhỏ giọt từ từ vào bình phản ứng trong 6 giờ để điều chế copolyme của axit polycarboxylic. Khi sự polyme hóa hoàn toàn, bình phản ứng này được làm mát đến 60°C, soda kiềm được bổ sung vào đó để điều chỉnh độ pH của hỗn hợp tới 4,5. Copolyme của axit polycarboxylic có tỷ lệ chuyển hóa là 73% được đo bằng GPC và trọng lượng phân tử trung bình theo trọng lượng là 44000. Trọng lượng phân tử trung bình theo trọng lượng thu được bằng phương pháp hiệu chỉnh sử dụng chuẩn polyetylen glycol.

(3) Điều chế hydroxit có cấu trúc lớp kép

$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0,4 M) và $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (0,2 M) được hòa tan trong nước xử lý, và độ pH của dung dịch được điều chỉnh tới khoảng từ 9 đến 10 bằng cách sử dụng dung dịch nước NaOH trong đó NaNO_2 (0,2 M) được hòa tan, để thu được huyền phù hydroxit kép kim loại xếp lớp được tạo ra bằng cách kết tủa. Huyền phù hydroxit có cấu trúc lớp kép thu được được khuấy ở 100 rpm trong 12 giờ, muối không phản ứng được loại bỏ khỏi đó bằng cách rửa, và sản phẩm được làm đông khô để thu được hydroxit có cấu trúc lớp kép. Hydroxit có cấu trúc lớp kép thu được có khoảng cách lớp trung gian là 8 Å, kích thước là 350 nm, độ pH là 11,3, và độ nhớt là 180 cps.

(4) Điều chế chất phụ gia xi măng

300 g hydroxit có cấu trúc lớp kép thu được được phép chứa trong bình phản ứng kiểu có vỏ bọc và được khuấy trong các điều kiện khí quyển ở khoảng 100 vòng/phút. Đồng thời khuấy, 1200 g copolyme của axit polycarboxylic thu được được bổ sung vào đó. Về mặt này, để loại bỏ nhiệt của quá trình trung hòa, copolyme được bổ sung nhỏ giọt từ từ vào bình phản ứng trong 2 giờ, và nhiệt độ

của các chất phản ứng được duy trì không quá 50°C bằng cách tuần hoàn nước làm mát từ bộ phận làm mát bên ngoài. Theo đó, thu được chất phụ gia xi măng (E-1) có độ pH là 5,5 và độ nhớt là 340 cps, là vật liệu pha lỏng mờ đục màu vàng nhạt.

Các ví dụ 6 và 7

Các chất phụ gia xi măng (E-2 và E-3) được điều chế theo cách giống như ở ví dụ 5, ngoài việc acrylamit (21,61 g) và metyl metacrylat (26,17 g) được sử dụng tương ứng thay vì axit metacrylic ở quá trình điều chế copolyme của axit polycarboxylic như được chỉ ra ở bảng 3 dưới đây.

Ví dụ 8

Chất phụ gia xi măng (E-4) được điều chế theo cách giống như ở ví dụ 5, ngoài việc hợp chất macromonome được điều chế sử dụng maleic anhydrit thay vì succinic anhydrit, 65,77 g axit acrylic, và 26,19 g axit metacrylic được sử dụng ở quá trình điều chế copolyme của axit polycarboxylic.

Các ví dụ 9 và 10

Các chất phụ gia xi măng (E-5 và E-6) được điều chế theo cách giống như ở ví dụ 5, ngoài việc hợp chất macromonome được điều chế sử dụng maleic anhydrit thay vì succinic anhydrit và 65,77 g axit acrylic được sử dụng, và acrylamit (21,63 g) và metyl metacrylat (26,19 g) được sử dụng tương ứng thay vì axit metacrylic như được thể hiện ở bảng 3 dưới đây ở quá trình điều chế copolyme của axit polycarboxylic.

Ví dụ so sánh 1

Chất phụ gia xi măng (C-1) được điều chế theo cách giống như ở ví dụ 5, ngoài việc copolyme polyuretan được điều chế bằng cách sử dụng hợp chất poly(met)oxyetylen uretan chưa bão hòa (dẫn xuất uretan, số mol bổ sung của oxyetylen: 45) và axit metacrylic với tỷ lệ mol 68:32 được sử dụng thay vì copolyme của axit polycarboxylic theo sáng chế.

[Bảng 3]

	Chất phụ gia xi măng số	Tỷ lệ hợp phần của copolyme (mol%)	Tỷ lệ chuyển hóa của copolyme (%)	Trọng lượng phân tử trung bình theo trọng lượng (Mw)
Ví dụ 5	E-1	PEG-SUC:AA:MAA = 20:60:20	73	44000
Ví dụ 6	E-2	PEG-SUC:AA:AAM = 20:60:20	77	47000
Ví dụ 7	E-3	PEG-SUC:AA:MAM = 20:60:20	76	46000
Ví dụ 8	E-4	PEG-MAH:AA:MAA = 20:60:20	73	53000
Ví dụ 9	E-5	PEG-MAH:AA:AAM = 20:60:20	77	56000
Ví dụ 10	E-6	PEG-MAH:AA:MAM = 20:60:20	76	55000
Ví dụ so sánh 1	C-1	POEU-45:MAA = 68:32	75	41000
* PEG-SUC: hợp chất macromonome được điều chế sử dụng succinic anhydrit, * PEG-MAH: hợp chất macromonome được điều chế sử dụng maleic anhydrit, * POEU-45: hợp chất poly(met)oxyetylen uretan chưa bão hòa (dẫn xuất uretan, số mol bổ sung của oxyetylen : 45) * AA: axit acrylic, * MAA: axit metacrylic, * AAM: acrylamit, * MAM: metyl metacrylat				

[Đánh giá hiệu suất]

1. Đánh giá độ phân tán và việc duy trì tính dễ gia công

Hợp phần bê tông bao gồm các thành phần được thể hiện ở bảng 4 dưới đây được điều chế:

[Bảng 4]

Nước/ Xi măng (%)	Cát/ Cốt liệu thô (%)	Đơn vị trọng lượng (kg/m ³)				Lượng chất phụ gia xi măng (%)
		Nước	Xi măng	Cát	Cốt liệu thô	
44	41	176	400	761	1092	0,8

Hợp phần bê tông bao gồm các thành phần nêu ở bảng 4 được điều chế và được trộn để tạo ra bê tông. Bê tông được nạp trong côn thử độ chảy vừa có đường kính là 20 cm và chiều cao là 30 cm, và côn thử độ chảy vừa này được nâng thẳng đứng. Đường kính của bê tông tráng trên bàn dần thử độ lưu động được đo theo hai chiều, và trung bình của nó được sử dụng làm hằng số chảy (mm). Hằng số chảy này được đo ở giai đoạn đầu của quá trình trộn và 30 phút sau khi trộn được thể hiện ở bảng 5 dưới đây.

[Bảng 5]

Chất phụ gia xi măng số	Hằng số chảy (mm)		Duy trì độ trơn chảy (hằng số chảy cuối/ hằng số chảy thứ nhất)
	Ban đầu	Sau 30 phút	
E-1	550	420	0,76
E-2	500	400	0,80
E-3	520	410	0,79
E-4	470	390	0,83
E-5	450	370	0,82
E-6	490	400	0,82
C-1	470	360	0,76

Tham chiếu đến bảng 5, đã xác nhận rằng độ trơn chảy ban đầu (tức là, độ phân tán) hoặc sự duy trì độ trơn chảy (tức là, duy trì tính dễ gia công) có thể được cải thiện sử dụng chất phụ gia xi măng theo sáng chế. Cụ thể là, khi

copolyme của axit polycarboxylic bao gồm cấu trúc của dẫn xuất của hợp chất macromonome được điều chế sử dụng succinic anhydrit được sử dụng ở chất phụ gia xi măng (E-1 đến E-3), độ phân tán được cải thiện đáng kể. Khi copolyme của axit polycarboxylic bao gồm cấu trúc của dẫn xuất của hợp chất macromonome được điều chế sử dụng maleic anhydrit được sử dụng ở chất phụ gia xi măng (E-4 đến E-6), việc duy trì tính dễ gia công được cải thiện đáng kể.

2. Đánh giá độ bền chống ăn mòn

"Thử nghiệm sự ăn mòn nhanh của thanh cốt thép ở bê tông" được thực hiện sử dụng các chất phụ gia xi măng E-1 và C-1 theo KS F 2561. Để tính toán tỷ lệ chống ăn mòn, chất phụ gia trên cơ sở axit polycarboxylic thông thường (Tên sản phẩm: 300 NX, Nhà sản xuất: Silkroad C&T) được sử dụng làm vật mẫu bình thường mà chất chống ăn mòn không được bổ sung.

Thứ nhất, hợp phần bê tông bao gồm các thành phần được nêu ở bảng 6 được điều chế:

[Bảng 6]

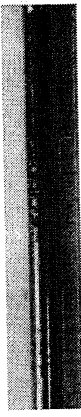
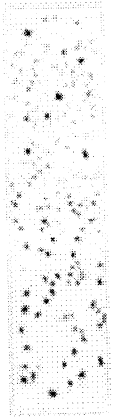
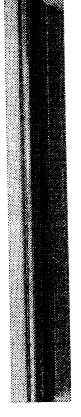
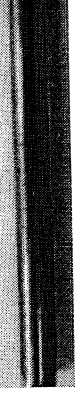
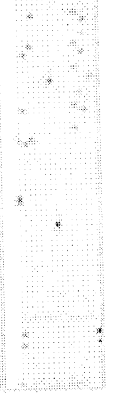
Xi măng/ Nước (%)	Xi măng (kg/m ³)	Đơn vị trọng lượng của phối liệu mịn (kg/m ³)	Đơn vị trọng lượng (kg/m ³)			Lượng chất phụ gia xi măng bổ sung (%)
			Nước	Dung dịch muối	Tổng	
60	300	800	126,5	48,5	175	3

Hợp phần bê tông đã tạo ra được pha trộn để tạo ra bê tông, và các thanh cốt thép được đặt vào đó để tạo ra mẫu. Mẫu được đưa vào nồi hấp và được sấy hai lần ở 180°C ở 1,0 MPa trong 5 tiếng hoặc hơn để gia tăng sự ăn mòn của các thanh cốt thép. Sau đó, các thanh cốt thép được thu lại, và diện tích của phần bị ăn mòn được đo, và sau đó tỷ lệ chống ăn mòn của nó được tính toán sử dụng phương trình dưới đây:

Tỷ lệ chống ăn mòn (%) = $1 - [\text{diện tích ăn mòn của mẫu được đánh giá} / \text{diện tích ăn mòn của mẫu thường}] \times 100$

Các kết quả được chỉ ra ở bảng 7 dưới đây.

[Bảng 7]

					
-		95%		95%	
Mẫu thường		E-1		C-1	

Tham chiếu đến bảng 7, tỷ lệ chống ăn mòn của chất phụ gia xi măng E1 theo sáng chế là 95%, giống tỷ lệ của chất phụ gia xi măng chống ăn mòn thông thường C-1. Vì vậy, xác nhận rằng chất phụ gia xi măng theo sáng chế có độ phân tán và việc duy trì tính dễ gia công được cải thiện trong khi duy trì độ bền chống ăn mòn cao.

Trong khi sáng chế được thể hiện cụ thể và được mô tả có dựa vào các phương án làm ví dụ của nó, sẽ được hiểu rằng các thay đổi khác nhau ở hình dạng và chi tiết có thể được thực hiện trong đó mà không xa rời tinh thần và phạm vi của các điểm yêu cầu bảo hộ sau đây.

Khả năng ứng dụng công nghiệp

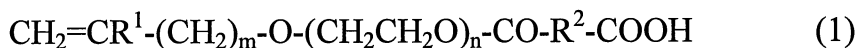
Sáng chế có thể được sử dụng hiệu quả để điều chế macromonome dùng để điều chế chất phụ gia xi măng; và chất phụ gia xi măng này bao gồm copolyme của axit polycarboxylic được tạo ra từ macromonome và hydroxit có cấu trúc lớp kép.

YÊU CẦU BẢO HỘ

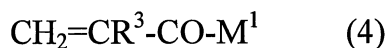
1. Chất phụ gia xi măng chứa:

(A) copolyme trên cơ sở axit polycarboxylic chứa (a) đơn vị cấu trúc được dẫn xuất từ hợp chất macromonome có công thức (1) dưới đây, và (b) đơn vị cấu trúc được dẫn xuất từ monome acrylic có công thức (4) dưới đây; và

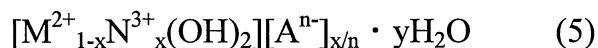
(B) hydroxit có cấu trúc lớp kép có công thức (5) dưới đây và có cấu trúc xếp lớp:



trong đó trong công thức (1), R^1 là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl; R^2 là nhóm $\text{C}_2\text{-C}_{10}$ alkylen hoặc nhóm $\text{C}_2\text{-C}_{10}$ alkenylen, nhóm alkylen hoặc alkenylen này có thể được thế bằng nhóm $\text{C}_1\text{-C}_3$ alkyl hoặc nhóm hydroxyl; m là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 tới 5; n, số mol bổ sung trung bình của nhóm oxyetylen, là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 tới 150;



trong công thức (4), R^3 là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl; và M^1 là $-\text{OM}^2$ hoặc $-\text{N}(\text{M}^2)_2$; M^2 , mỗi trường hợp có thể giống hoặc khác nhau, là nguyên tử hydro hoặc nhóm $\text{C}_1\text{-C}_3$ alkyl; và



trong công thức (5), M^{2+} là cation kim loại hóa trị hai; N^{3+} là cation kim loại hóa trị ba; A là chất hóa học anion mà được liên kết ion giữa các lớp của cấu trúc xếp lớp của hydroxit và có số điện tích là n; x là số lớn hơn 0 và nhỏ hơn 1; và y là số dương lớn hơn 0.

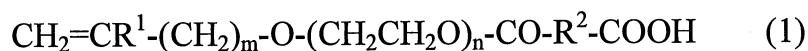
2. Chất phụ gia xi măng theo điểm 1, trong đó đơn vị cấu trúc (b) bao gồm hai hoặc nhiều đơn vị cấu trúc được dẫn xuất từ hai hoặc nhiều monome acrylic có công thức (4).
3. Chất phụ gia xi măng theo điểm 2, trong đó ít nhất một trong hai hoặc nhiều hơn hai monome acrylic có công thức (4), và M^1 là $-OM^2$.
4. Chất phụ gia xi măng theo điểm 1 hoặc 2, trong đó tỷ lệ mol của đơn vị cấu trúc (a) với đơn vị cấu trúc (b) nằm trong khoảng từ 10:90 tới 30:70.
5. Chất phụ gia xi măng theo điểm 1 hoặc 2, trong đó M^{2+} được chọn từ nhóm chỉ gồm Mg^{2+} , Ca^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} và Zn^{2+} , N^{3+} được chọn từ nhóm chỉ gồm Al^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} , Ga^{3+} , In^{3+} , V^{3+} và Ti^{3+} , và A^{n-} được chọn từ nhóm chỉ gồm NO_2^- , NO_3^- , CO_3^{2-} , OH^- , O^{2-} , SO_4^{2-} , halogenua, metalat và anion axit hữu cơ.
6. Chất phụ gia xi măng theo điểm 1 hoặc 2, trong đó lượng copolyme trên cơ sở axit polycarboxylic (A) nằm trong khoảng từ 40% tới 95% trọng lượng và lượng hydroxit có cấu trúc lớp kép (B) nằm trong khoảng từ 5% tới 60% trọng lượng tính theo tổng trọng lượng chất phụ gia xi măng.
7. Phương pháp điều chế chất phụ gia xi măng, phương pháp này bao gồm các bước:

(I) điều chế (a) hợp chất macromonome có công thức (1) dưới đây bằng cách cho (a1) hợp chất có công thức (2) dưới đây phản ứng với (a2) axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa có công thức (3), anhydrit của nó hoặc hỗn hợp của nó;

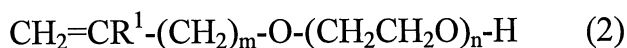
(II) điều chế (A) copolyme trên cơ sở axit polycarboxylic bằng cách cho (a) hợp chất macromonome phản ứng với (b) monome acrylic có công thức (4) dưới đây;

(III) điều chế (B) hydroxit có cấu trúc lớp kép có công thức (5) dưới đây và có cấu trúc xếp lớp; và

(IV) cho (A) copolyme trên cơ sở axit polycarboxylic phản ứng với (B) hydroxit có cấu trúc lớp kép,



trong đó trong công thức (1), R^1 là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl; R^2 là nhóm $\text{C}_2\text{-C}_{10}$ alkylen hoặc nhóm $\text{C}_2\text{-C}_{10}$ alkenylen, nhóm alkylen hoặc alkenylen có thể được thế bằng nhóm $\text{C}_1\text{-C}_3$ alkyl hoặc nhóm hydroxyl; m là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 tới 5; và n, số mol bổ sung trung bình của nhóm oxyetylen, là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 tới 150;



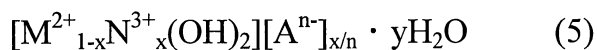
trong công thức 2, R^1 , m và n như được xác định nêu trên đối với công thức (1);



trong công thức 3, R^2 như được xác định nêu trên đối với công thức (1),



trong công thức (4), R^3 là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl; và M^1 là $-OM^2$ hoặc $-N(M^2)_2$; và M^2 , mỗi trường hợp có thể giống hoặc khác nhau, là nguyên tử hydro hoặc nhóm C_1-C_3 alkyl; và



trong công thức (5), M^{2+} là cation kim loại hóa trị hai; N^{3+} là cation kim loại hóa trị ba; A là chất hóa học anion mà được liên kết ion giữa các lớp của cấu trúc xếp lớp của hydroxit và có số điện tích là n; x là số lớn hơn 0 và nhỏ hơn 1; và y là số dương lớn hơn 0.

8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó ở bước (I), thành phần (a2) là anhydrit của axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa có công thức (3), và bước (I) được thực hiện trong điều kiện không có dung môi và chất phụ gia dưới các điều kiện khí quyển đồng thời khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 55°C tới 70°C.

9. Phương pháp theo điểm 7, trong đó ở bước (I), thành phần (a2) là axit dicarboxylic bão hòa hoặc chưa bão hòa có công thức (3), và bước (I) được thực hiện với sự có mặt của chất ức chế quá trình quá trình polyme hóa đồng thời khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 75°C tới 95°C.

10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 9, trong đó bước (II) được thực hiện với sự có mặt của chất khơi mào quá trình quá trình polyme hóa, và chất khơi mào quá trình quá trình polyme hóa này là chất khơi mào quá trình gốc peroxit.

FIG. 1

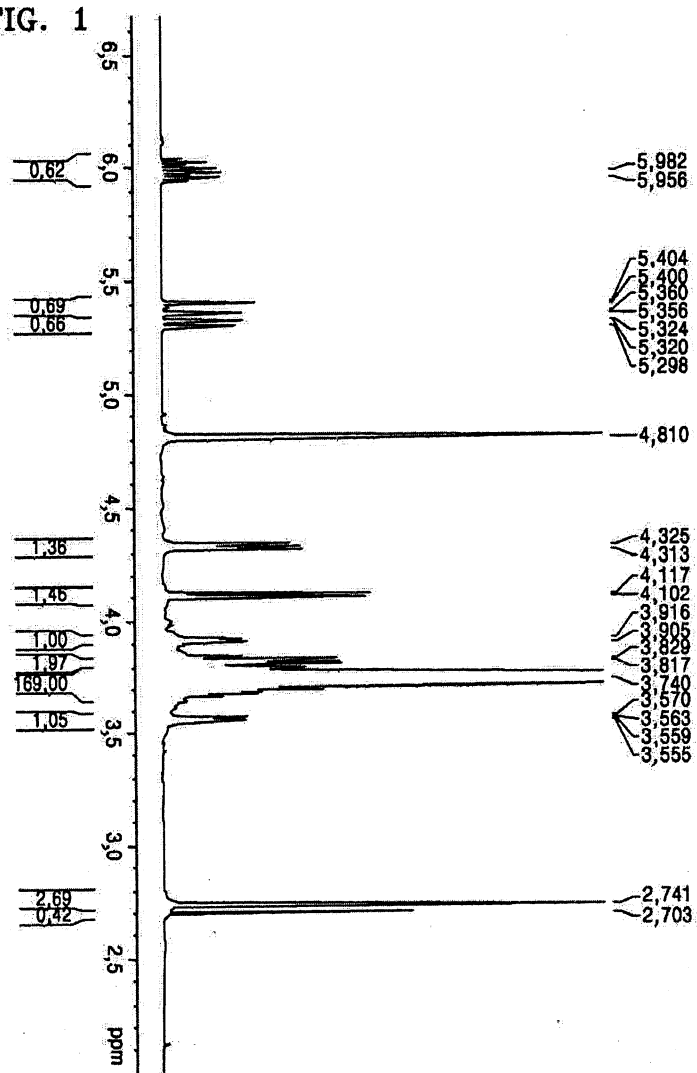


FIG. 2

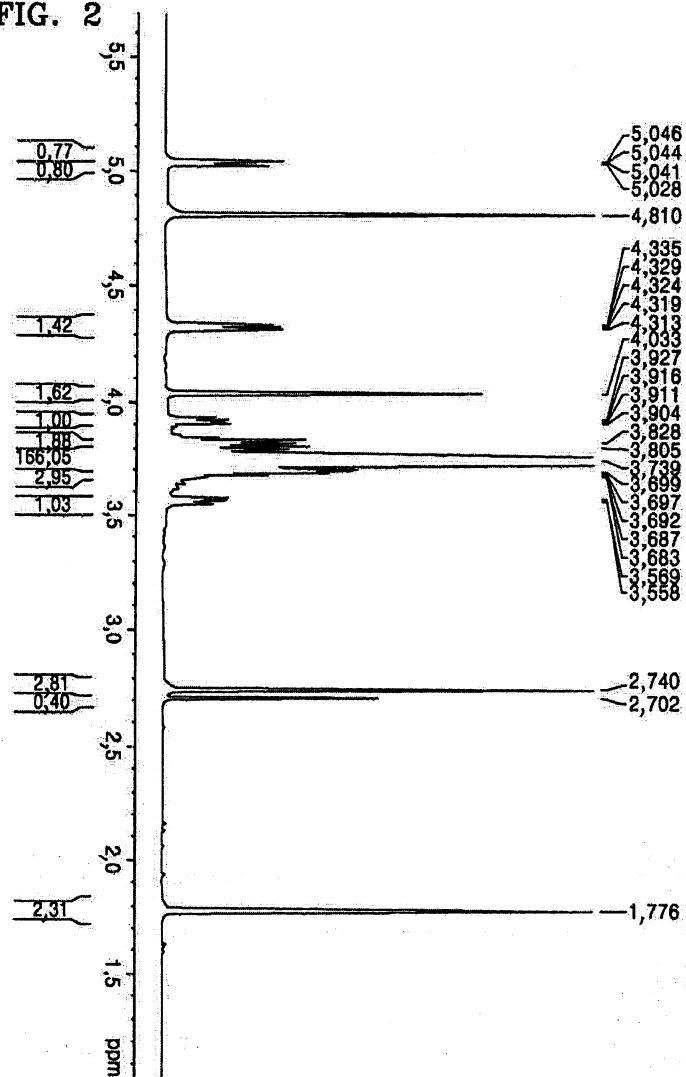


FIG. 3

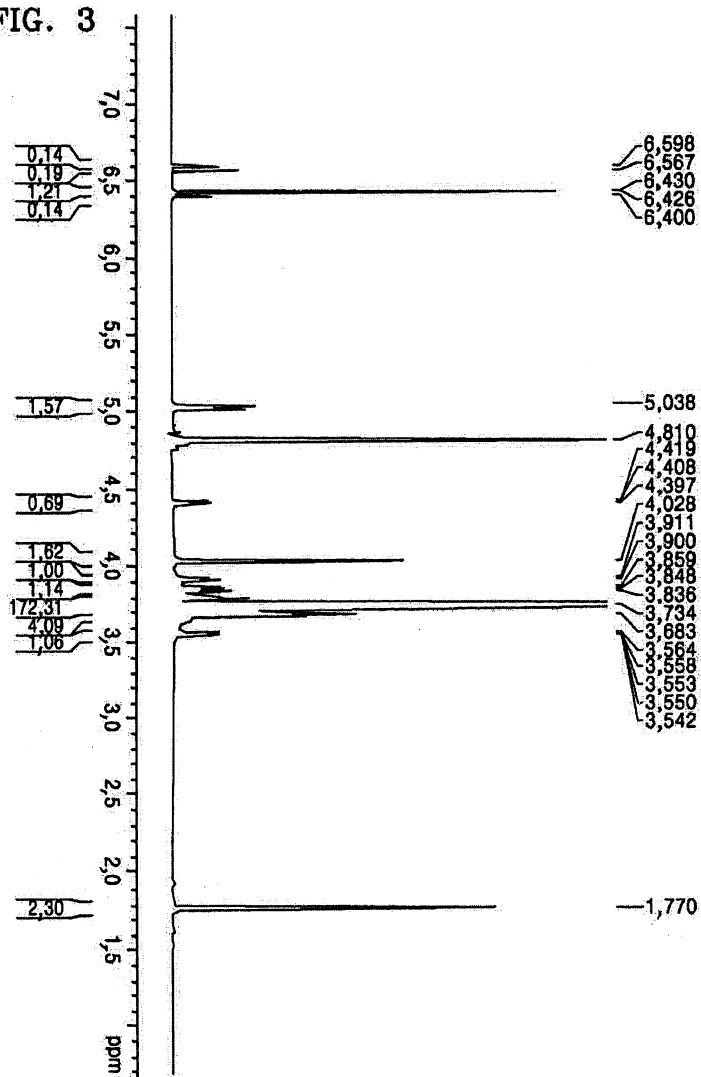


FIG. 4

