



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

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



1-0033628

(51)^{2020.01} C04B 24/32; C04B 24/16; C08G 65/26; (13) B
C04B 28/04; C04B 103/60

(21) 1-2020-04831 (22) 30/11/2018
(86) PCT/JP2018/044281 30/11/2018 (87) WO 2019/181081 26/09/2019
(30) 2018-051587 19/03/2018 JP
(45) 25/10/2022 415 (43) 25/12/2020 393
(73) TAKEMOTO YUSHI KABUSHIKI KAISHA (JP)
2-5, Minato-machi, Gamagori-shi, Aichi 4438611 (JP)
(72) FURUTA Akihiro (JP); KOBAYASHI Ryuhei (JP).
(74) Công ty TNHH Ban Ca (BANCA)

(54) CHẤT ỨC CHẾ TÁCH NƯỚC

(57) Sáng chế đề cập đến chất ức chế tách nước được dùng để thu được chế phẩm thủy lực trong đó ngăn chặn sự tách nước. Chất ức chế tách nước này được sử dụng cho chế phẩm thủy lực chứa chất kết dính thủy lực chứa xi măng và nước, chất ức chế tách nước bao gồm hợp chất polyoxyalkylen xác định trước.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chất ức chế tách nước. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến chất ức chế tách nước được dùng để thu được chế phẩm thủy lực trong đó ngăn chặn sự tách nước.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thông thường, chế phẩm thủy lực được sử dụng rộng rãi làm chế phẩm xi măng, chẳng hạn như hồ xi măng, vữa và bê tông. Những chế phẩm thủy lực này có vấn đề đó là xảy ra sự tách nước sau khi bổ sung nước và nhào trộn đến khi đông rắn.

Khi xảy ra sự tách nước với lượng lớn sau khi đặt chế phẩm thủy lực, xuất hiện vấn đề đó là sự truyền qua của nước sinh ra khi nước trong chế phẩm thủy lực đi ra bề mặt làm giảm độ đặc của kết cấu chế phẩm thủy lực và làm giảm độ cứng ở thời điểm đông rắn.

Vì vậy, để ngăn ngừa vấn đề này, người ta đã sử dụng nhiều chất phụ gia khác nhau cho chế phẩm thủy lực, và trong số chúng, ví dụ, polyetylen glycol cũng được sử dụng (xem tài liệu sáng chế 1).

Danh sách trích dẫn

Tài liệu sáng chế

[Tài liệu sáng chế 1] JP-A-H06-64956

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Tuy nhiên, sự tách nước có xu hướng tăng do tình trạng cốt liệu ngày càng xấu đi. Cụ thể, trong quá khứ, người ta sử dụng cát sông, cát núi, sỏi sông, sỏi núi, và vật liệu tương tự chất lượng tốt làm cốt liệu, nhưng gần đây, rất khó để có được cốt liệu chất lượng tốt, và cần sử dụng đá vụn hoặc cát nghiền làm cốt liệu. Trong trường hợp này, cần tăng lượng nước đơn vị để đạt năng lực làm việc tương đương như trong trường hợp sử dụng cốt liệu thông thường. Tuy nhiên, sự tách nước có xu hướng tăng do tăng lượng nước đơn vị. Ngoài ra, rất khó để ngăn chặn đủ và giảm tách nước bằng

polyetylen glycol như được mô tả trong tài liệu sáng chế 1. Theo đó, xuất hiện nhu cầu đối với chất ức chế tách nước mà ít bị ảnh hưởng bởi các đặc tính khác trong chế phẩm thủy lực và có thể ngăn chặn tách nước một cách đầy đủ.

Sáng chế được tạo ra trong bối cảnh các vấn đề tồn tại trong lĩnh vực này, và mục tiêu của sáng chế là đề xuất chất ức chế tách nước được dùng để thu được chế phẩm thủy lực trong đó ngăn chặn sự tách nước.

Mô tả chi tiết sáng chế

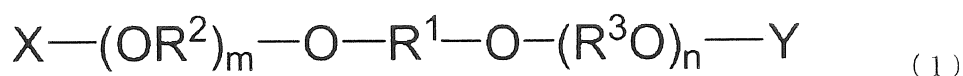
Phương pháp giải quyết vấn đề

Như là kết quả của quá trình nghiên cứu chuyên sâu để giải quyết các vấn đề nêu trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng các vấn đề nêu trên có thể được giải quyết bằng cách sử dụng một hợp chất cụ thể làm chất ức chế tách nước.

Theo sáng chế, tác giả sáng chế đề cập đến chất ức chế tách nước được mô tả dưới đây.

[1] Chất ức chế tách nước để sử dụng trong chế phẩm thủy lực chứa chất kết dính thủy lực chứa xi măng và nước, bao gồm:

hợp chất polyoxyalkylen có công thức (1) dưới đây:



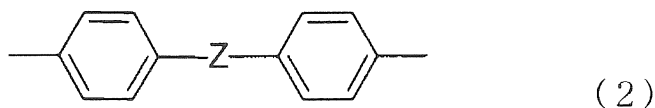
R^1 : gốc thu được bằng cách loại tất cả các nhóm hydroxyl khỏi hợp chất có nhóm hydrocacbon thơm gồm từ 6 đến 25 nguyên tử cacbon và hai nhóm hydroxyl phenol;

X, Y: mỗi gốc độc lập là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl gồm từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon;

OR^2 , R^3O : mỗi gốc độc lập là nhóm oxyalkylen gồm từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon;

m, n: số nguyên từ 1 đến 299, và số nguyên này thỏa mãn $m+n=60$ đến 300.

[2] Chất ức chế tách nước theo [1] ở trên, trong đó trong công thức (1), R^1 là nhóm có khung bis(4-hydroxyphenyl) có công thức (2) dưới đây:



Trong công thức (2), Z là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh gồm từ 1 đến 13 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm sulfonyl.

[3] Chất ức chế tách nước theo [1] hoặc [2] ở trên, trong đó trong công thức (1), R^1 là gốc thu được bằng cách loại hai nhóm hydroxyl khỏi 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan, bis(4-hydroxyphenyl)metan, hoặc bis(4-hydroxyphenyl)sulfon.

[4] Chất ức chế tách nước theo phương án bất kỳ trong số (1) đến (3) ở trên, trong đó trong công thức (1), X và Y là các nguyên tử hydro.

[5] Chất ức chế tách nước theo phương án bất kỳ trong số [1] đến [4] ở trên, trong đó trong công thức (1), 90% mol của tổng số nhóm oxyalkylen của OR^2 và R^3O hoặc hơn là nhóm oxyetylen.

[6] Chất ức chế tách nước theo phương án bất kỳ trong số (1) đến (5), trong đó trong công thức (1), m và n lần lượt là các số nguyên 1 đến 219, và $m+n$ là số nguyên thỏa mãn từ 70 đến 220.

Hiệu quả của sáng chế

Chất ức chế tách nước theo sáng chế có hiệu quả là có thể thu được chế phẩm thủy lực trong đó có thể ngăn chặn tách nước.

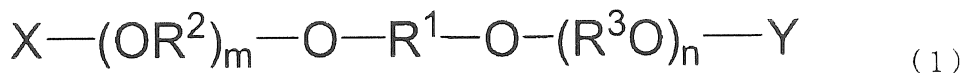
Phương thức thực hiện sáng chế

Các phương án theo sáng chế sẽ được mô tả dưới đây, nhưng sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án sau, và cần hiểu rằng, dựa trên kiến thức thông thường của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này, các sửa đổi, cải tiến và những việc tương tự có thể được thực hiện một cách thích hợp theo các phương án sau nằm trong phạm vi của sáng chế mà không đi chệch khỏi tinh thần của sáng chế.

[1] Chất ức chế tách nước:

Sáng chế đề xuất chất ức chế tách nước để sử dụng trong chế phẩm thủy lực

chứa chất kết dính thủy lực chứa xi măng và nước, trong đó chất ức chế tách nước bao gồm hợp chất polyoxyalkylen có công thức (1) sau đây.



R^1 : gốc thu được bằng cách loại tất cả nhóm hydroxyl khỏi hợp chất có nhóm hydrocacbon thơm gồm từ 6 đến 25 nguyên tử cacbon và hai nhóm hydroxyl phenol.

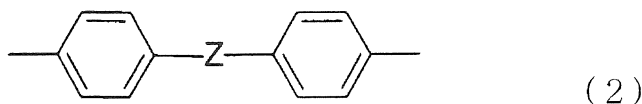
X, Y: mỗi gốc độc lập là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl gồm từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon;

OR^2 , R^3O : mỗi gốc độc lập là nhóm oxyalkylen gồm từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon;

m, n: số nguyên từ 1 đến 299, và số nguyên này thỏa mãn $m+n=60$ đến 300.

[1-1] Hợp chất polyoxyalkylen có công thức (1):

Ví dụ về R^1 trong hợp chất polyoxyalkylen có công thức (1) trong chất ức chế tách nước theo sáng chế bao gồm các gốc thu được bằng cách loại nhóm hydroxyl khỏi hydroquinon, catechol, binaphthol, 4,4'-biphenol, 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan, 1,1-bis(4-hydroxyphenyl)-1-phenyletan, 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)hexaflopropan, 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)butan, bis(4-hydroxyphenyl)metan, bis(4-hydroxyphenyl)sulfon, 5,5'-(1-metyletylyden)-bis[1,1'-(bisphenyl)-2-ol]propan, 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)hexaflopropan, 1,1-bis(4-hydroxyphenyl)xyclohexan. R^1 có thể là nhóm (gốc) có khung bis(4-hydroxyphenyl) có công thức (2) dưới đây. Trong số này, gốc thu được bằng cách loại hai nhóm hydroxyl khỏi 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan, bis(4-hydroxyphenyl)metan, và bis(4-hydroxyphenyl)sulfon thích hợp hơn. Khi sử dụng những gốc này cho thấy hiệu quả ngăn chặn tách nước tuyệt vời.



Trong công thức (2), Z là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh gồm từ 1 đến 13 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm sulfonyl.

X trong công thức (1) bao gồm nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl gồm từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon. Nhóm alkyl gồm từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon bao gồm, ví dụ, các nhóm metyl, etyl, butyl, hexyl, heptyl, octyl, nonyl, dexyl, undexyl, dodexyl, tetradexyl, pentadexyl, hexadexyl, heptadexyl, octadexyl, nonadexyl, eicosyl, heneicosyl, docosyl, 2-metyl-pentyl, 2-etyl-hexyl, 2-propyl-heptyl, 2-butyl-octyl, 2-pentyl-nonyl, 2-hexyl-dexyl, 2-heptyl-undexyl, 2-octyl-dodexyl, và 2-nonyl-tridexyl. Trong số chúng, với vai trò là X, nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl thích hợp hơn, và nguyên tử hydro thích hợp hơn nữa.

Ngoài ra, Y trong công thức (1) có thể giống như X.

Ở đây, khi X và Y là nguyên tử hydro, nó được ưu tiên hơn xét từ quan điểm về sự dễ dàng tổng hợp hợp chất, sự sẵn có của nguyên liệu thô và hiệu quả kinh tế.

Trong công thức (1), OR^2 là nhóm oxyalkylen gồm từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon. Khi có nhiều OR^2 , có thể sử dụng hai loại nhóm oxyalkylen hoặc nhiều hơn. Cụ thể, tốt hơn là OR^2 chứa nhóm oxyetylen và/hoặc nhóm oxypropylen, tốt hơn nữa là chứa 50% mol nhóm oxyetylen hoặc nhiều hơn, và ngoài ra tốt hơn là chứa 90% mol nhóm oxyetylen hoặc nhiều hơn. Khi hai hoặc nhiều loại nhóm oxyalkylen được thêm vào, thứ tự liên kết không bị giới hạn cụ thể, và liên kết ngẫu nhiên hoặc liên kết khối có thể được sử dụng.

R^3O trong công thức (1) giống như được mô tả trong OR^2 .

Trong OR^2 và R^3O , tốt hơn là 90% hoặc nhiều hơn tổng số nhóm oxyetylen mà là tổng của OR^2 và R^3O là nhóm oxyetylen. Hiệu quả ngăn chặn tách nước được thể hiện một cách thỏa đáng.

Trong công thức (1), m và n là số mol thêm vào của nhóm polyoxyalkylen, và $m+n$ là tổng số mol thêm vào của nhóm polyoxyalkylen. Mỗi m và n là số nguyên từ 1 đến 299, tốt hơn là từ 1 đến 219. Ngoài ra, $m+n$ thỏa mãn $60 \leq m+n \leq 300$, và tốt hơn là $70 \leq m+n \leq 220$. Khi $m+n$ nhỏ hơn 60, tác dụng giảm tách nước không được thể hiện. Thậm chí nếu $m+n$ quá lớn, nó không được thực hành vì chi phí sản xuất cao.

Phương pháp sản xuất hợp chất polyoxyalkylen trong đó X và Y trong công thức (1) là các nguyên tử hydro không bị giới hạn cụ thể, và có thể được sản xuất bằng

phương pháp sản xuất đã biết.

Ví dụ, hợp chất này có thể thu được bằng cách bổ sung alkylen oxit vào hợp chất có hai nhóm hydroxyl phenol trên R^1 . Các chất xúc tác có thể được sử dụng trong quá trình bổ sung alkylen oxit. Như là chất xúc tác trong quá trình trùng hợp bổ sung alkylen oxit, có thể sử dụng các kim loại kiềm và kim loại kiềm thổ và hydroxit của chúng, các chất xúc tác kiềm chẳng hạn như alcoholat, các chất xúc tác axit Lewis, và các chất xúc tác kim loại tổng hợp, và các chất xúc tác kim loại kiềm là thích hợp hơn.

Ví dụ về chất xúc tác kiềm bao gồm natri, kali, hỗn hợp natri kali, natri hydroxit, kali hydroxit, natri hydrua, natri metoxit, kali metoxit, natri etoxit, kali etoxit, kali butoxit, và tương tự. Tốt hơn nếu nó là natri hydroxit, kali hydroxit, natri metoxit, kali metoxit, kali butoxit.

Ví dụ về chất xúc tác axit Lewis bao gồm thiếc tetraclorua, bo triflorua, và các hợp chất bo triflorua chẳng hạn như phức bo triflorua dietylete, phức bo triflorua di-n-butylete, phức bo triflorua tetrahydrofuran, phức bo triflorua phenol, và phức bo triflorua axit axetic.

Chất ức chế tách nước theo sáng chế không chỉ giới hạn ở dạng dung dịch và có thể là chất rắn.

Chất ức chế tách nước theo sáng chế bản thân nó có thể là hợp chất polyoxyalkylen có công thức (1), nhưng tốt hơn là bổ sung chất chống oxy hóa.

Chất giảm tách nước theo sáng chế có thể được sử dụng kết hợp với hoặc trộn với chất phụ gia thông thường đã biết cho chế phẩm thủy lực.

Ở đây, chất ức chế tách nước theo sáng chế được sử dụng bằng cách pha trộn vào chế phẩm thủy lực chứa chất kết dính thủy lực chứa xi măng và nước.

Chất kết dính thủy lực chứa xi măng. Ví dụ về xi măng bao gồm nhiều loại xi măng poocăng khác nhau chẳng hạn như xi măng poocăng thông thường, xi măng poocăng hóa cứng nhanh, và xi măng tỏa nhiệt trung bình, và nhiều loại xi măng hỗn hợp khác nhau chẳng hạn như xi măng lò cao, xi măng tro bay, và xi măng muối silic.

Để có được hiệu quả như một chất giảm tách nước, lượng bổ sung tốt hơn là 0,01 đến 3,0 phần theo khối lượng, tốt hơn nữa là 0,01 đến 1,0 phần theo khối lượng,

và ngoài ra tốt hơn là 0,02 đến 0,5 phần theo khối lượng đối với 100 phần theo khối lượng của chất kết dính thủy lực.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Trong phần sau, các ví dụ và các ví dụ tương tự được đưa ra để làm cho nội dung và hiệu quả của sáng chế cụ thể hơn, nhưng sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ này. Trong các ví dụ và ví dụ so sánh sau đây, phần là phần theo trọng lượng, và % là phần trăm trọng lượng và ppm là ppm trọng lượng.

Ví dụ 1

- Quy trình sản xuất chất ức chế tách nước (EX-1)

Nạp vào bình áp suất được trang bị máy khuấy, áp kế và nhiệt kế 257,3g "NEWPOL BPE-60 (tổng cộng 6 mol sản phẩm cộng etylen oxit cho tất cả các nhóm hydroxyl của 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan, được sản xuất bởi Sanyo Chemical, Ltd.)" và 1,5g kali hydroxit. Sau đó, nâng nhiệt độ hệ thống phản ứng lên 120°C và khử nước trong hệ thống này dưới áp suất giảm trong 1 giờ. Sau đó, bổ sung 1242,7g etylen oxit (trong bảng 1, được gọi là "EO") vào hệ thống phản ứng trong hơn 5 giờ ở áp suất máy đo 0,4MPa trong khi duy trì nhiệt độ ở $130 \pm 5^\circ\text{C}$. Sau đó, duy trì nhiệt độ phản ứng ở $130 \pm 5^\circ\text{C}$ trong 1 giờ. Sau đó, sau khi trung hòa sử dụng "KYOWAAD 600 (được sản xuất bởi Công ty TNHH Công nghiệp hóa chất Kyowa)", và thực hiện quá trình lọc, bổ sung 200ppm 2,6-di-tert-butyl-4-metylphenol (trong bảng 1, được gọi là "OX1") làm chất chống oxy hóa vào sản phẩm thu hồi lọc để thu được chất ức chế tách nước (EX-1) chứa hợp chất polyoxyalkylen có công thức (1).

Ví dụ 2

- Quy trình sản xuất chất ức chế tách nước (EX-2)

Nạp vào bình áp suất được trang bị máy khuấy, áp kế và nhiệt kế 318,9g "NEWPOL BPE-60 (tổng cộng 6 mol sản phẩm cộng etylen oxit cho tất cả các nhóm hydroxyl của 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan, được sản xuất bởi Sanyo Chemical, Ltd.)" và 3,0g kali hydroxit. Sau đó, nâng nhiệt độ hệ thống phản ứng lên 120°C và khử nước trong hệ thống này dưới áp suất giảm trong 1 giờ. Sau đó, bổ sung 2681,1g

etylen oxit vào hệ thống phản ứng trong hơn 6 giờ ở áp suất máy đo 0,4MPa trong khi duy trì nhiệt độ ở $130\pm 5^{\circ}\text{C}$. Sau đó, duy trì nhiệt độ phản ứng ở $130\pm 5^{\circ}\text{C}$ trong 1 giờ, và sau đó chất ức chế tách nước (EX-2) bao gồm hợp chất polyoxyalkylen có công thức (1) được thu hồi để thu lấy.

Ví dụ 3

• Quy trình sản xuất chất ức chế tách nước (EX-3)

Nạp vào bình áp suất được trang bị máy khuấy, áp kế và nhiệt kế 338,5g "NEWPOL BPE-60 (tổng cộng 6 mol sản phẩm cộng etylen oxit cho tất cả các nhóm hydroxyl của 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan, được sản xuất bởi Sanyo Chemical, Ltd.)" và 10,0g tert-butoxy kali. Sau đó, nâng nhiệt độ hệ thống phản ứng lên 120°C và khử nước trong hệ thống này dưới áp suất giảm trong 1 giờ. Sau đó, bổ sung 4661,5g etylen oxit vào hệ thống phản ứng trong hơn 7 giờ ở áp suất máy đo 0,4MPa trong khi duy trì nhiệt độ ở $130\pm 5^{\circ}\text{C}$. Sau đó, duy trì nhiệt độ phản ứng ở $130\pm 5^{\circ}\text{C}$ trong 1 giờ, và sau đó thu hồi. Sử dụng "KYOWAAD 600 (được sản xuất bởi Công ty TNHH Công nghiệp hóa chất Kyowa)" để trung hòa, và thực hiện quá trình lọc để thu lấy chất ức chế tách nước (EX-3) bao gồm các hợp chất polyoxyalkylen có công thức (1).

Ví dụ 4

• Quy trình sản xuất chất ức chế tách nước (EX-4)

Nạp vào bình áp suất được trang bị máy khuấy, áp kế và nhiệt kế 272,5g "NEWPOL BPE-60 (tổng cộng 6 mol sản phẩm cộng etylen oxit cho tất cả các nhóm hydroxyl của 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan, được sản xuất bởi Sanyo Chemical, Ltd.)" và 5,0g kali hydroxit. Sau đó nâng nhiệt độ hệ thống phản ứng lên 130°C và khử nước trong hệ thống này dưới áp suất giảm trong 1 giờ. Sau đó, bổ sung 4727,5g etylen oxit vào hệ thống phản ứng trong hơn 8 giờ ở áp suất máy đo 0,4MPa trong khi duy trì nhiệt độ ở $130\pm 5^{\circ}\text{C}$. Sau đó, duy trì nhiệt độ phản ứng ở $130\pm 5^{\circ}\text{C}$ trong 1 giờ, và sau đó thu hồi. Thêm axit phosphoric 85% (chất phản ứng được sản xuất bởi Công ty TNHH Hóa chất Kishida) để trung hòa đến pH6 và khử nước, bổ sung 1000ppm chất chống oxy hóa OX1 vào các hợp chất đã trung hòa để thu được chất ức chế tách

nước (EX-4).

Ví dụ 5

- Quy trình sản xuất chất ức chế tách nước (EX-5)

Nạp vào bình áp suất được trang bị máy khuấy, áp kế và nhiệt kế 250,3g bis(4-hydroxyphenyl)sulfon và 8,0g tert-butoxy kali sẵn có trên thị trường. Tiếp theo, sau khi nâng nhiệt độ hệ thống phản ứng lên 120°C, nạp 176g etylen oxit, và bắt đầu phản ứng. Sau khi xác nhận rằng áp suất đã giảm, bổ sung 4224,0g etylen oxit vào hệ thống phản ứng trong hơn 8 giờ ở áp suất máy đo 0,4MPa trong khi duy trì nhiệt độ ở 130±5°C. Duy trì nhiệt độ phản ứng trong 1 giờ và sau đó thu hồi. Sử dụng KYOWAAD 700 (được sản xuất bởi Công ty TNHH Công nghiệp hóa chất Kyowa) để trung hòa, và thực hiện quá trình lọc, và bổ sung 150ppm hydroquinon monometyl etc (OX3) làm chất chống oxy hóa và sản phẩm được xử lý của quá trình lọc để thu được chất ức chế tách nước (EX-5).

Ví dụ 6

- Quy trình sản xuất chất ức chế tách nước (EX-6)

Điều chế chất ức chế tách nước (EX-6) theo cách tương tự như trong ví dụ 5, ngoại trừ rằng sử dụng bis(4-hydroxyphenyl)metan thay cho bis(4-hydroxyphenyl)sulfon được sử dụng trong ví dụ 5, và thay đổi lượng etylen oxit, như trình bày trong bảng 1.

Ví dụ 7

- Quy trình sản xuất chất ức chế tách nước (EX-7)

Nạp vào bình áp suất được trang bị máy khuấy, áp kế và nhiệt kế 700,3g "NEWPOL BPE-60 (tổng cộng 6 mol sản phẩm cộng etylen oxit cho tất cả các nhóm hydroxyl của 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan, được sản xuất bởi Sanyo Chemical, Ltd.)" và 5,5g kali hydroxit. Sau đó, nâng nhiệt độ hệ thống phản ứng lên 120°C và khử nước trong hệ thống này dưới áp suất giảm trong 1 giờ. Sau đó, bổ sung 4634g etylen oxit vào hệ thống phản ứng trong hơn 5 giờ ở áp suất máy đo 0,4MPa trong khi duy trì nhiệt độ ở 130±5°C. Sau đó, duy trì nhiệt độ phản ứng ở 130±5°C trong 1 giờ.

Tiếp đó, bổ sung 165g propylen oxit (được đề cập đến như là "PO" trong bảng 1) ở cùng nhiệt độ, và duy trì trong 1 giờ ở nhiệt độ phản ứng ($130 \pm 5^\circ\text{C}$), sau đó thu hồi. Sử dụng KYOWAAD 600 (được sản xuất bởi Công ty TNHH Công nghiệp hóa chất Kyowa) để trung hòa, và thực hiện quá trình lọc để thu được chất ức chế tách nước (EX-7).

Ví dụ 8

- Quy trình sản xuất chất ức chế tách nước (EX-8)

Điều chế chất ức chế tách nước (EX-8) theo cách tương tự như trong ví dụ 7, ngoại trừ rằng thay đổi lượng etylen oxit (được gọi là "EO" trong bảng 1) và propylen oxit (được gọi là "PO" trong bảng 1), như trình bày trong bảng 1.

Ví dụ 9

- Quy trình sản xuất chất ức chế tách nước (EX-9)

Nạp vào bình áp suất được trang bị máy khuấy, áp kế và nhiệt kế 628,4g "NEWPOL BPE-60 (tổng cộng 6 mol sản phẩm cộng etylen oxit cho tất cả các nhóm hydroxyl của 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan, được sản xuất bởi Sanyo Chemical, Ltd.)" và 4,0g kali hydroxit. Sau đó, nâng nhiệt độ hệ thống phản ứng lên 120°C và khử nước trong hệ thống này dưới áp suất giảm trong 1 giờ. Sau đó, bổ sung 3371,7g etylen oxit vào hệ thống phản ứng trong hơn 5 giờ ở áp suất máy đo 0,4MPa trong khi duy trì nhiệt độ ở $150 \pm 5^\circ\text{C}$. Sau đó, duy trì nhiệt độ phản ứng ở $150 \pm 5^\circ\text{C}$ trong 1 giờ, và sau đó thu hồi. Sử dụng KYOWAAD 600 (được sản xuất bởi Công ty TNHH Công nghiệp hóa chất Kyowa) để trung hòa, và thực hiện quá trình lọc để thu được chất ức chế tách nước (EX-9).

Ví dụ so sánh 1

- Quy trình sản xuất chất ức chế tách nước (RE-1)

Nạp vào bình áp suất được trang bị máy khuấy, áp kế và nhiệt kế 106g dietylen glycol và 4,4g kali hydroxit sẵn có trên thị trường. Sau đó nâng nhiệt độ hệ thống phản ứng lên 120°C . Sau đó, bổ sung 4312g etylen oxit vào hệ thống phản ứng trong hơn 5 giờ ở áp suất máy đo 0,4MPa trong khi duy trì nhiệt độ ở $130 \pm 5^\circ\text{C}$. Sau đó, duy trì

nhệt độ phản ứng ở $130\pm 5^{\circ}\text{C}$ trong 1 giờ, và sau đó thu hồi. Sử dụng KYOWAAD 600 (được sản xuất bởi Công ty TNHH Công nghiệp hóa chất Kyowa) để trung hòa, và thực hiện quá trình lọc để thu được chất ức chế tách nước (RE-1).

Ví dụ so sánh 2

Sử dụng "NEWPOL BPE-100 (được sản xuất bởi Sanyo Chemical, Ltd.)" khi nó đóng vai trò như là chất ức chế tách nước (RE-2).

Ví dụ so sánh 3

- Quy trình sản xuất chất ức chế tách nước (RE-3)

Nạp vào bình áp suất được trang bị máy khuấy, áp kế và nhiệt kế 451,1g "NEWPOL BPE-40 (tổng cộng 4 mol sản phẩm cộng etylen oxit cho tất cả các nhóm hydroxyl của 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan, được sản xuất bởi Sanyo Chemical, Ltd.)" và 1,5g kali hydroxit. Sau đó, nâng nhiệt độ hệ thống phản ứng lên 120°C và khử nước trong hệ thống này dưới áp suất giảm trong 1 giờ. Sau đó, bổ sung 1048,9g etylen oxit vào hệ thống phản ứng trong hơn 5 giờ ở áp suất máy đo 0,4MPa trong khi duy trì nhiệt độ ở $150\pm 5^{\circ}\text{C}$. Sau đó, duy trì nhiệt độ phản ứng ở $150\pm 5^{\circ}\text{C}$ trong 1 giờ, và sau đó thu hồi. Sử dụng KYOWAAD 600 (được sản xuất bởi Công ty TNHH Công nghiệp hóa chất Kyowa) để trung hòa, và thực hiện quá trình lọc để thu được chất ức chế tách nước (RE-3).

Ví dụ so sánh 4

- Quy trình sản xuất chất ức chế tách nước (RE-4)

Điều chế chất ức chế tách nước (RE-4) theo cách tương tự như trong ví dụ so sánh 3, ngoại trừ rằng lượng kali hydroxit là 3,0g và thay đổi lượng etylen oxit như trình bày trong bảng 1.

Hàm lượng của mỗi chất ức chế tách nước được điều chế ở trên được tóm tắt trong bảng 1.

Bảng 1

	Loại chất ức chế	"R ¹ " trong công thức (1)	m+n (Tổng số mol bổ sung trung bình)	
			Số mol EO	Số mol PO
Ví dụ 1	EX-1	2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan * ₁	80	0
Ví dụ 2	EX-2	2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan * ₁	100	0
Ví dụ 3	EX-3	2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan * ₁	160	0
Ví dụ 4	EX-4	2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan * ₁	200	0
Ví dụ 5	EX-5	bis(4-hydroxyphenyl)sulfone * ¹	100	0
Ví dụ 6	EX-6	bis(4-hydroxyphenyl)methane* ¹	80	0
Ví dụ 7	EX-7	2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan * ₁	80	2
Ví dụ 8	EX-8	2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan * ₁	100	10
Ví dụ 9	EX-9	2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan * ₁	66	0
Ví dụ so sánh 1	RE-1	dietylen glycol * ¹	98	0
Ví dụ so sánh 2	RE-2* ²	2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan * ₁	10	0
Ví dụ so sánh 3	RE-3	2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan * ₁	40	0

Ví dụ so sánh 4	RE-4	2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan *1	50	0
--------------------	------	--------------------------------------	----	---

Chi tiết bảng 1 được mô tả dưới đây.

*1 "R¹" trong công thức (1) là gốc thu được bằng cách loại nhóm hydroxyl khỏi hợp chất được mô tả trong cột này.

*2 RE-2 sử dụng "NEWPOL BPE-100 (được sản xuất bởi Sanyo Chemical, Ltd.)" dạng nguyên chất.

m+n (tổng số mol bổ sung trung bình) là tổng của "số mol EO" và "số mol PO". Ví dụ, trong ví dụ 1, m+n (tổng số mol bổ sung trung bình) là 80+0=80.

(Đánh giá các ví dụ 10 đến 19 và ví dụ so sánh 5 đến 9)

Bổ sung chất ức chế tách nước (chất ức chế tách nước cho chế phẩm thủy lực) được trình bày trong bảng 1 vào bê tông cho quá trình đánh giá sau đây.

Cụ thể hơn, trong các điều kiện trộn được trình bày trong bảng 2, chất kết dính thủy lực chứa xi măng pooc lăng thông thường (được sản xuất bởi Tập đoàn xi măng Taiheiyo, Tập đoàn xi măng Ube-Mitsubishi, và Công ty TNHH xi măng Sumitomo Osaka, được trộn theo thể tích tương đương, tỉ trọng = 3,16g/cm³), và như là cốt liệu, bổ sung cát đất (từ hệ thống sông Oigawa, tỉ trọng = 2,58g/cm³) và đá vụn (đá vụn từ Okazaki, tỉ trọng = 2,66g/cm³) vào máy trộn hai trục cưỡng bức 50L trong phòng thử nghiệm ở 20°C, và tiếp đó, trộn lượng định trước (xem bảng 3) "CHUPOL EX60 (được sản xuất bởi Công ty TNHH Dầu & Chất béo TAKEMOTO)" làm chất khử nước AE, mỗi chất làm giảm tách nước trình bày trong bảng 1 và chất cuốn khí AE-300 (được sản xuất bởi Công ty TNHH Dầu & Chất béo TAKEMOTO), và chất khử bọt "AFK-2 (được sản xuất bởi Công ty TNHH Dầu & Chất béo TAKEMOTO)" để thu được hỗn hợp 0,005% dựa trên xi măng ở trên rồi nhào trộn. Rót hỗn hợp vào máy trộn ở trên với nước (nước máy) và nhào trộn trong 90 giây. Điều chế chế phẩm bê tông (chế phẩm thủy lực) bằng cách điều chỉnh lượng chất khử nước AE và chất cuốn khí sao cho độ sụt là 18±1cm và thể tích khí được cuốn vào là 4,5±0,5%.

Độ sụt, thể tích khí cuốn vào, và lượng tách nước của chế phẩm bê tông được điều chế được xác định, và các kết quả được tóm tắt trong bảng 3.

- Thể tích khí được cuốn vào (% thể tích):

Do thể tích khí được cuốn vào của chế phẩm bê tông ngay sau khi nhào trộn theo JIS-A1128.

- Độ sụt (cm):

Đồng thời với việc đo thể tích khí được cuốn vào, đo độ sụt theo JIS-A1101.

- Lượng tách nước:

Sau khi đo thể tích khí cuốn vào và độ sụt, đo lượng tách nước của chế phẩm bê tông ngay sau khi nhào trộn theo JIS-A1123.

Bảng 2

Lượng đơn vị (kg/m ³)				Tỉ lệ cốt liệu mịn (%)	Tỉ lệ nước/xi măng	Thể tích không khí cuốn vào
Nước	Xi măng	Cốt liệu mịn	Cốt liệu thô		(%)	(% thể tích)
180	300	846	936	48,2	60,0	4,5

Trong bảng 2, "Xi măng" dùng để chỉ xi măng pooc lăng thông thường đã đề cập ở trên như được mô tả ở trên. "Cốt liệu mịn" dùng để chỉ cát đất đã đề cập ở trên (từ hệ thống sông Oigawa, tỉ trọng = 2,58g/cm³), và "Cốt liệu thô" dùng để chỉ đá vụn (đá vụn từ Okazaki, tỉ trọng = 2,66g/cm³). "Tỉ lệ cốt liệu mịn (%)" chỉ ra giá trị được tính bằng công thức: Cốt liệu mịn/Cốt liệu thô×100. "Tỉ lệ nước/xi măng (%)" chỉ ra giá trị được tính bằng công thức: nước/xi măng×100.

Bảng 3

Phân loại	Loại chất ức chế tách nước	Chất cuốn khí AE-300	Lượng bổ sung	Độ sụt	Thể tích không khí cuốn vào	Lượng tách nước
		(% dựa trên xi măng)	(% dựa trên xi măng)	(cm)	(% thể tích)	(cm ³ /cm ²)
Ví dụ 10	EX-1	0,01	0,10	17,5	4,1	0,24
Ví dụ 11	EX-2	0,01	0,10	18,3	4,5	0,23
Ví dụ 12	EX-2	0,01	0,25	17,5	4,2	0,18
Ví dụ 13	EX-3	0,01	0,10	18,7	4,5	0,23
Ví dụ 14	EX-4	0,01	0,20	19,0	4,8	0,22
Ví dụ 15	EX-5	0,01	0,10	18,2	4,2	0,24
Ví dụ 16	EX-6	0,01	0,10	18,5	4,7	0,26
Ví dụ 17	EX-7	0,02	0,05	17,9	4,2	0,32
Ví dụ 18	EX-8	0,02	0,10	18,5	4,1	0,28
Ví dụ 19	EX-9	0,01	0,10	18,1	4,6	0,35
Ví dụ so sánh 5	Không có	0,01	-	17,5	4,2	0,41
Ví dụ so sánh 6	RE-1	0,01	0,10	18,1	4,0	0,39
Ví dụ so sánh 7	RE-2	0,12	0,10	18,4	4,5	0,41
Ví dụ so sánh 8	RE-3	0,10	0,10	17,9	4,7	0,39

Ví dụ so sánh 9	RE-4	0,02	0,10	18,7	4,5	0,40
--------------------	------	------	------	------	-----	------

Chi tiết bảng 3 được mô tả dưới đây.

Lượng bổ sung: Lượng bổ sung (%) dựa trên trọng lượng xi măng

"% dựa trên xi măng" nghĩa là phần theo trọng lượng so với 100 phần theo trọng lượng xi măng (chất kết dính thủy lực).

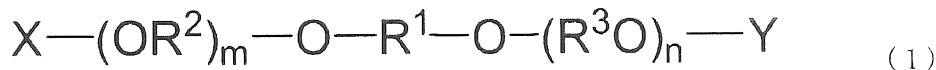
Như được mô tả ở trên, người ta nhận thấy rằng chất ức chế tách nước theo sáng chế có thể làm giảm lượng tách nước của chế phẩm thủy lực thu được.

Có thể sử dụng chất ức chế tách nước theo sáng chế làm chất ức chế tách nước để sử dụng trong chế phẩm thủy lực.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chất ức chế tách nước để sử dụng cho chế phẩm thủy lực chứa chất kết dính thủy lực chứa xi măng và nước, trong đó chất ức chế tách nước này bao gồm:

hợp chất polyoxyalkylen có công thức (1) dưới đây:



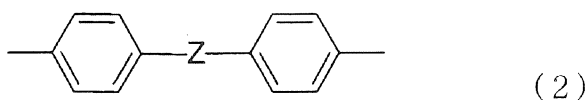
R^1 : gốc thu được bằng cách loại tất cả nhóm hydroxyl khỏi hợp chất gồm nhóm hydrocacbon thơm có 6 đến 25 nguyên tử cacbon và hai nhóm hydroxyl phenol;

X, Y: mỗi nhóm độc lập là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl có 1 đến 22 nguyên tử cacbon;

OR^2 , R^3O : mỗi gốc độc lập là nhóm oxyalkylen có 2 đến 4 nguyên tử cacbon;

m, n: số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 299, và số nguyên này thỏa mãn $m+n=60$ đến 300.

2. Chất ức chế tách nước theo điểm 1, trong đó trong công thức (1), R^1 là nhóm có khung bis(4-hydroxyphenyl) có công thức (2) dưới đây:



trong đó trong công thức (2), Z là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có 1 đến 13 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm sulfonyl.

3. Chất ức chế tách nước theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó trong công thức (1), R^1 là gốc thu được bằng cách loại hai nhóm hydroxyl khỏi 2,2-bis(4-hydroxyphenyl) propan, bis(4-hydroxyphenyl) metan hoặc bis(4-hydroxyphenyl) sulfon.

4. Chất ức chế tách nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó trong

công thức (1), X và Y là nguyên tử hydro.

5. Chất ức chế tách nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó trong công thức (1), 90% mol hoặc lớn hơn của tổng số nhóm oxyalkylen của OR^2 và R^3O là nhóm oxyetylen.

6. Chất ức chế tách nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó trong công thức (1), m và n lần lượt là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 219, và $m+n$ là số nguyên nằm trong khoảng từ 70 đến 220.