



(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



1-0042027

(51)^{2020.01} C04B 24/12; C04B 22/14; C04B 24/02; (13) B
C04B 28/04; C04B 24/16; C04B 24/20;
C04B 24/26; C04B 22/08

(21) 1-2020-03285 (22) 05/10/2018
(86) PCT/JP2018/037437 05/10/2018 (87) WO2019/116694 20/06/2019
(30) 2017-239965 14/12/2017 JP
(45) 25/12/2024 441 (43) 25/09/2020 390
(73) TAKEMOTO YUSHI KABUSHIKI KAISHA (JP)
2-5, Minato-machi, Gamagori-shi, Aichi 4438611 (JP)
(72) FURUTA Akihiro (JP); OISHI Takuya (JP); MIZUNO Taro (JP); OKADA Kazuhisa
(JP).
(74) Công ty TNHH Ban Ca (BANCA)

(54) CHẤT PHỤ GIA CHO CHẾ PHẨM THỦY LỰC

(57) Sáng chế đề cập đến chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực có khả năng làm tăng độ bền ở giai đoạn vật liệu khởi đầu của vật thể được đóng rắn thu được bằng cách đóng rắn chế phẩm thủy lực được điều chế. Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực này để sử dụng trong chế phẩm thủy lực chứa chất kết dính thủy lực, trong đó chất phụ gia gồm có diadialkanolamin và dietylen glycol.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến chất phụ gia cho chế phẩm chứa nước, và cụ thể hơn là liên quan đến chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực có khả năng làm tăng độ bền ở giai đoạn vật liệu khởi đầu của vật thể đã đóng rắn thu được bằng cách đóng rắn chế phẩm thủy lực đã điều chế.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chế phẩm thủy lực được đổ vào khuôn sau khi nhào vật liệu chẳng hạn như chất kết dính thủy lực và nước, và sau khi đóng rắn chế phẩm chứa nước, khuôn được tách ra để thu được vật thể đã đóng rắn. Cụ thể, sản phẩm bê tông được sản xuất bằng cách nhào vật liệu chẳng hạn như xi măng, nước, cốt liệu, và chất phân tán, đổ vào khuôn, và đóng rắn chúng. Do việc tăng độ bền ở giai đoạn vật liệu khởi đầu sẽ dẫn đến việc sản xuất nhiều sản phẩm bê tông hơn sử dụng cùng khuôn, cần phải rút ngắn thời gian để đạt độ bền mà có thể tách khuôn sau khi đổ bê tông. Để đạt được mục đích này, nhiều chất phụ gia đã được khảo sát, muối vô cơ chẳng hạn như canxi clorua, nitrit, và nitrat (xem, ví dụ, tài liệu non-Patent 1), glyxerin, alkanolamin, và tương tự đã được bộc lộ (xem, ví dụ, tài liệu Patent 1 và 2).

Danh sách tài liệu tham khảo

Tài liệu Patent

Tài liệu Patent 1: JP-A-2009-256201

Tài liệu Patent 2: JP-A-2011-236127

Tài liệu Non-Patent

Tài liệu non-Patent 1: Fuminori Tomosawa, et al., Development of Concrete Mixing Agents và Advanced Technologies, published by CMC Publishing Co., Ltd. in 1995

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề cần giải quyết bởi sáng chế

Việc sử dụng canxi clorua bị cấm do vấn đề ăn mòn các thanh cốt

thép của bê tông cốt thép, và lượng nitrit và nitrat bổ sung có thể lớn. Alkanolamin và glyxerin có thể cũng cải thiện độ bền ở giai đoạn vật liệu khởi đầu, còn yêu cầu tiếp tục cải thiện độ bền ở giai đoạn vật liệu khởi đầu.

Mục đích của sáng chế là để thu được độ bền cần thiết để tách khuôn trong thời gian ngắn mà không làm giảm độ bền của phần thân đã đóng rắn của chế phẩm thủy lực với độ bền vật liệu là 1-2 tuần. Đó là, có thể cải thiện độ bền cao, nhanh và để đảm bảo độ bền nén cao bằng cách đóng rắn trong thời gian ngắn chẳng hạn như độ bền nén 24 giờ sau khi bơm nước, độ bền nén 5 giờ sau khi đóng rắn bằng nhiệt, và tương tự, ví dụ ở 20°C.

Cách thức giải quyết vấn đề

Như là kết quả của các nghiên cứu nhằm giải quyết vấn đề đã nêu ở trên, các tác giả của sáng chế đã phát hiện ra rằng chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực cấu tạo bởi hợp chất hữu cơ cụ thể phù hợp một cách chính xác. Theo sáng chế, các chất phụ gia sau cho chế phẩm thủy lực được đề xuất.

[1] Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực để sử dụng trong chế phẩm thủy lực chứa chất kết dính thủy lực, trong đó chất phụ gia này gồm có đialkanolamin và dietylen glycol.

[2] Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực theo [1], trong đó đialkanolamin là dietanolamin và/hoặc diisopropanolamin.

[3] Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực theo [1] hoặc [2], tỷ lệ khối lượng của đialkanolamin với dietylen glycol (đialkanolamin/dietylen glycol) nằm trong khoảng từ 0,2 đến 100.

[4] Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực theo một trong số từ [1] đến [3], còn chứa axit sulfuric và/hoặc hợp chất axit sulfonic.

[5] Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực theo [4], trong đó hợp chất axit sulfonic là axit toluen sulfonic hoặc axit metan sulfonic.

[6] Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực theo [4] hoặc [5], trong đó tỷ lệ mol của amin của đialkanolamin so với axit của axit sulfonic và hợp chất axit sulfonic (amin của đialkanolamin/(axit của axit sulfonic và hợp chất axit sulfonic)) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2.

[7] Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực theo một trong số từ [1] đến [6], còn chứa chất phân tán.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Chế phẩm thủy lực được điều chế sử dụng chất phụ gia theo sáng chế có hiệu quả là độ bền của giai đoạn vật liệu ban đầu vật liệu khởi đầu của thân đã đóng rắn thu được bằng các đóng rắn tăng, và độ bền cần thiết để tách khuôn thu được trong thời gian ngắn mà không làm giảm độ bền của thân đã đóng rắn so với độ bền vật liệu là 1-2 tuần.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các phương án của sáng chế sẽ được mô tả dưới đây. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở các phương án sau đây. Do đó, cần hiểu rằng, sự thay đổi, cải biến, và tương tự có thể được bổ sung một cách thích hợp vào các phương án dựa trên hiểu biết thông thường của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực mà không xa rời tinh thần của sáng chế. Trong các ví dụ sau và tương tự, trừ khi tuyên bố điều ngược lại, % nghĩa là % khối lượng, và các phần nghĩa là các phần theo khối lượng.

Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực của phương án theo sáng chế là chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực để sử dụng trong chế phẩm thủy lực chứa chất kết dính thủy lực, trong đó chất phụ gia này bao gồm dialkanolamin và dietylen glycol.

Dialkanolamin được sử dụng làm chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực theo phương án của sáng chế (sau đây được gọi là chất phụ gia của phương án theo sáng chế) gồm dietanolamin, diisopropanolamin, N-alkyldietanolamin, và N-alkyldiisopropanolamin, trong số đó dietanolamin và diisopropanolamin được ưu tiên.

Lượng dialkanolamin được sử dụng trong chất phụ gia theo sáng chế được sử dụng trong chất phụ gia theo phương án của sáng chế được ưu tiên là từ 0,01 đến 1 phần theo khối lượng, tốt hơn là từ 0,02 đến 0,8 phần theo khối lượng, so với 100 phần theo khối lượng của chất kết dính thủy lực chẳng hạn như xi măng và tương tự.

Dietylen glycol được sử dụng trong chất phụ gia theo phương án của sáng chế có thể có sẵn trên thị trường như là một sản phẩm công nghiệp nói chung.

Lượng dietylen glycol được sử dụng trong chất phụ gia theo phương án của sáng chế được ưu tiên là từ 0,001 đến 1 phần theo khối lượng, tốt hơn là từ 0,002 đến 0,5 phần theo khối lượng, so với 100 phần theo khối

lượng của chất kết dính thủy lực chẳng hạn như xi măng và tương tự. Nếu lượng dietylen glycol được sử dụng quá nhỏ, nó sẽ không hiệu quả, và nếu lượng dietylen glycol quá lớn, độ bền nén ở giai đoạn vật liệu là khoảng từ 1 đến 4 tuần là thấp hơn.

Tỷ lệ khối lượng của đialkanolamin so với dietylen glycol (đialkanolamin/dietylen glycol) được ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 100, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 50.

Chất phụ gia theo phương án của sáng chế tốt hơn là còn chứa axit sulfuric và/hoặc hợp chất axit sulfonic. Hợp chất axit sulfonic gồm có axit paratoluen sulfonic, axit metan sulfonic, axit benzen sulfonic, axit dodexylbenzen sulfonic, v.v.. Trong số đó, axit mà được chọn từ axit sulfuric, axit paratoluen sulfonic và axit metan sulfonic được ưu tiên. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "A và/hoặc B" nghĩa là cả "A và B" và "A hoặc B". Do đó, chất phụ gia theo phương án của sáng chế có thể còn chứa axit sulfuric, có thể còn chứa hợp chất axit sulfonic, hoặc có thể còn chứa axit sulfuric và hợp chất axit sulfonic.

Kết hợp đialkanolamin với axit sulfuric và/hoặc hợp chất axit sulfonic có nghĩa là trung hòa đialkanolamin với axit sulfuric và/hoặc hợp chất axit sulfonic. Tỷ lệ mol của đialkanolamin so với axit của axit sulfonic và hợp chất axit sulfonic không bị giới hạn một cách cụ thể. Tuy nhiên, tỷ lệ mol của amin của đialkanolamin so với axit của axit sulfonic và hợp chất axit sulfonic (amin của đialkanolamin/(axit của axit sulfonic và hợp chất axit sulfonic)) được ưu tiên là từ 0,1 đến 2, tốt hơn là từ 0,5 đến 1,5.

Chất phụ gia theo phương án của sáng chế tốt hơn là còn chứa chất phân tán. Ví dụ về chất phân tán gồm có chất phân tán dựa trên naphtalen, chất phân tán dựa trên phenol, chất phân tán dựa trên axit sulfonic thơm chẳng hạn như chất phân tán dựa trên lignin, v.v., chất phân tán dựa trên axit polycarboxylic, và chất phân tán dựa trên este phosphat. Trong số các chất phân tán này, xuất phát từ quan điểm đảm bảo độ bền cao, nhanh, chất phân tán dựa trên naphtalen, chất phân tán dựa trên axit sulfonic vòng thơm của chất phân tán dựa trên melamin, và chất phân tán dựa trên axit polycarboxylic được ưu tiên, và chất phân tán dựa trên naphtalen và chất phân tán dựa trên axit polycarboxylic được ưu tiên hơn.

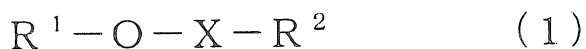
Như là chất phân tán dựa trên naphtalen, chất ngưng tụ formaldehyt của naphtalen sulfonat (Mighty 150 (tên thương mại) sản xuất bởi Kao Corporation, Polefine 510-AN (tên thương mại) sản xuất bởi Takemoto

Oil & Fat Co., Ltd.) hoặc tương tự có thể được sử dụng. Như chất phân tán dựa trên melamin, chất ngưng tụ formaldehyt của axit melamin sulfonic (Polefine MF (tên thương mại) sản xuất bởi Takemoto Oil & Fat Co., Ltd., Acceleste 100 (tên thương mại) sản xuất bởi Nissan Chemical Industry Co., Ltd.) hoặc tương tự có thể được sử dụng. Như là chất phân tán dựa trên phenol, chất ngưng tụ formaldehyt của hợp chất phenol sulfonat (hợp chất hoặc tương tự đã được mô tả trong đơn sáng chế số JP-A-S46-104919), dịch đặc của hợp chất phenol phosphat formaldehyt (hợp chất đã được mô tả trong đơn sáng chế số JP-A-2012-504695) hoặc tương tự có thể được sử dụng. Như chất phân tán dựa trên lignin, muối lignin sulfonat (San X (tên thương mại), Vanillex (tên thương mại), Pearlllex (tên thương mại), hoặc tương tự sản xuất bởi Nippon Paper Chemical Co., Ltd.) có thể được sử dụng.

Như là copolyme của axit polycacboxylic, copolyme của monoeste của polyalkylen glycol và axit (met)acrylic và axit cacboxylic chẳng hạn như axit (met)acrylic; copolyme của rượu không no có polyalkylen glycol và axit cacboxylic chẳng hạn như axit (met)acrylic, v.v.. (ví dụ, đơn đăng ký sáng chế Nhật số 2007-119337); copolyme của rượu không no có polyalkylen glycol và axit dicacboxylic chẳng hạn như axit maleic, v.v.; hoặc tương tự có thể được sử dụng. Thuật ngữ axit (met)acrylic nghĩa là axit acrylic hoặc axit metacrylic.

Như là copolyme của axit polycacboxylic, copolyme thu được bằng cách polyme hóa monome có công thức (1) và monome của axit cacboxylic có thể được sử dụng.

Công thức 1



Trong công thức (1),

R^1 là nhóm alkenyl có từ 2 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm axyl không no có 3 hoặc 4 nguyên tử cacbon.

R^2 là nguyên tử hydro, nhóm alkyl có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm axyl béo có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon.

X là nhóm (poly)oxyalkylen có số mol bổ sung trung bình từ 1 đến 300 cấu tạo bởi nhóm oxyalkylen có 2 đến 4 nguyên tử cacbon.

Nhóm alkenyl có từ 2 đến 5 cacbon của R^1 trong công thức (1) gồm có nhóm vinyl, nhóm alyl, nhóm metaly, nhóm 3-butenyl, nhóm 2-metyl-1-butenyl, nhóm 3-metyl-1-butenyl, nhóm 2-metyl-3-butenyl, nhóm 3-

metyl-3-butenyl, và tương tự. Ví dụ về nhóm axyl không no có 3 hoặc 4 cacbon của R^1 gồm có nhóm acryloyl và nhóm metacryloyl. Trong số này, nhóm alyl, nhóm kim loại, nhóm 3-metyl-1-butenyl, nhóm acryloyl và nhóm metacryloyl được ưu tiên. Một hoặc nhiều monome có công thức (1) có thể được sử dụng.

Ví dụ về R^2 trong công thức (1) gồm có 1) nguyên tử hydro, 2) nhóm alkyl có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon, và 3) nhóm axyl béo có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon.

X trong công thức (1) gồm có nhóm polyoxyalkylen cấu tạo bởi từ 1 đến 300 đơn vị (poly)oxyalkylen. Trong số này, nhóm (poly)oxyalkylen cấu tạo bởi từ 1 đến 160 đơn vị oxyetylen và/hoặc đơn vị oxypropylen được ưu tiên.

Ví dụ về monome của axit cacboxylic cấu thành (co)polyme gồm có axit (met)acrylic, axit crotonic, axit dicarboxylic, axit maleic, axit itaconic, axit fumaric, mono succinat (2-(met)acryloyloxyetyl), và muối của chúng. Trong số này, axit (met)acrylic, axit maleic, muối của axit (met)acrylic, và muối maleat được ưu tiên.

Ví dụ về muối của monome axit cacboxylic gồm có muối kim loại kiềm chẳng hạn như muối natri hoặc muối kali, muối của kim loại kiềm thổ chẳng hạn như muối canxi hoặc muối magiê, muối amoni, muối amin chẳng hạn như muối dietanolamin hoặc muối trietanolamin.

Các monome đồng trùng hợp khác chẳng hạn như styren, acrylamit, muối của axit (met)allylsulfonic) và tương tự có thể được sử dụng kết hợp khi (co)polyme được sản xuất.

Chất phụ gia theo phương án của sáng chế được sử dụng trong điều chế chế phẩm thủy lực. Ví dụ, chất phụ gia này được sử dụng khi chế phẩm thủy lực được điều chế sử dụng chất kết dính thủy lực chứa xi măng, nước, cốt liệu mịn, cốt liệu thô, chất AE, hoặc tương tự.

Ví dụ về chất kết dính thủy lực gồm có xi măng, bột mịn của xỉ lò cao, tro bay, muối silic, hoặc tương tự. Trong số này, chất kết dính thủy lực chứa xi măng được ưu tiên. Như là xi măng, ngoài xi măng Portland khác nhau chẳng hạn như xi măng Portland thông thường, xi măng Portland có độ bền cao, nhanh, và xi măng Portland nhiệt vừa phải, các loại xi măng phối trộn khác nhau chẳng hạn như xi măng lò cao, xi măng tro bay, xi măng muối silic, hoặc tương tự có thể được sử dụng.

Như là cốt liệu mịn, cát sông, cát núi, cát biển, cát nghiền, cát xỉ, hoặc tương tự có thể được sử dụng. Ngoài ra, như là cốt liệu thô, sỏi

sông đã biết, đá nghiền, cốt liệu trọng lượng nhẹ, hoặc tương tự có thể được sử dụng.

Trong điều chế chế phẩm thủy lực, 1) chất điều hòa thể tích không khí chẳng hạn như xà phòng rosin, alkyl sulfonat thơm, alkyl (ete) sulfat béo, este của alkyl phosphat và tương tự, 2) chất chống tạo bọt chẳng hạn như loại dimethylpolysiloxan, loại este của axit béo polyalkylen glycol, loại dầu khoáng, loại dầu và chất béo, loại oxyalkylen, loại alcohol, loại amit và tương tự có thể được sử dụng.

Khi chất phụ gia theo phương án của sáng chế được sử dụng, chất thúc đẩy đông tụ, chất làm chậm đông tụ, chất ức chế rỉ sét, chất chống thấm nước, hoặc tương tự có thể được sử dụng kết hợp cho nhiều mục đích. Phương pháp sử dụng chất phụ gia theo phương án của sáng chế có thể là phương pháp bất kỳ, chẳng hạn như phương pháp thêm chất phụ gia cùng với nhào nước ở cùng thời điểm với việc điều chế chế phẩm bê tông, phương pháp thêm chất phụ gia vào chế phẩm bê tông ngay sau khi nhào, hoặc tương tự.

Ưu tiên là chất phụ gia theo phương án của sáng chế là phụ gia đa chức năng loại chứa một chất lỏng trong đó nhiều thành phần khác nhau được phối trộn trước.

Trong bước nạp vào khuôn chế phẩm thủy lực sử dụng chất phụ gia theo phương án này, đóng rắn chế phẩm thủy lực, và làm cứng nó, chế phẩm thủy lực thu được được nạp vào khuôn và đóng rắn. Ví dụ về khuôn gồm có khuôn cho xây dựng, khuôn cho sản phẩm bê tông, và tương tự. Như là phương pháp đổ chế phẩm thủy lực vào khuôn, phương pháp đưa trực tiếp chế phẩm thủy lực từ máy phối trộn, phương pháp bơm chế phẩm thủy lực vào khuôn bằng bơm, và tương tự có thể được sử dụng.

Đóng rắn bằng nhiệt có thể được thực hiện để tăng tốc việc đóng rắn của chế phẩm thủy lực. Đóng rắn bằng nhiệt được thực hiện nhờ giữ chế phẩm thủy lực ở nhiệt độ phòng là 40°C hoặc nhiều hơn và 80°C hoặc ít hơn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, các ví dụ và tương tự được trình bày cốt để làm cho cấu hình và hiệu quả của của sáng chế cụ thể hơn, nhưng sáng chế không giới hạn ở những ví dụ này. Trong các ví dụ sau và tương tự, trừ khi tuyên bố điều ngược lại, % có nghĩa là % khối lượng, và phần nghìn là phần theo khối lượng.

- Điều chế chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực (Ví dụ 1-14):

Đialkanolamin, dietylen glycol (DEG), nước trao đổi ion và tương tự được trộn theo tỷ lệ được trình bày trong bảng 1 để điều chế dung dịch có nước của chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực.

Bảng 1

Mục	Loại phụ gia	Đialkanolamin		DEG	Axit sulfuric hoặc axit sulfonic		Thành phần khác		Nước trao đổi ion	A/B	A/C
		Loại	Tỷ lệ chế phẩm (%)		Loại	Tỷ lệ chế phẩm (%)	Loại	Tỷ lệ chế phẩm (%)			
Ví dụ 1	AD-1	DEA	21,70	8,68	axit sulfuric	9,62	-	-	60,00	2,5	0,95
Ví dụ 2	AD-2	DEA	15,45	0,77	pTS	23,77	-	-	60,00	20	0,85
Ví dụ 3	AD-3	DIPA	24,58	1,23	MSA	14,19	-	-	60,00	20	0,8
Ví dụ 4	AD-4	DEA	19,86	1,99	MSA	18,16	-	-	60,00	10	1
Ví dụ 5	AD-5	DIPA	16,45	10,28	MSA	13,06	TIPA	0,21	60,00	1,6	1,1
Ví dụ 6	AD-6	DIPA	30,16	1,51	axit sulfuric	8,33	-	-	60,00	20	0,75
Ví dụ 7	AD-7	DEA	23,15	0,58	axit sulfuric	16,21	TEA	0,06	60,00	40	1,5
Ví dụ 8	AD-8	DEA	24,10	8,03	axit sulfuric	7,87	-	-	60,00	3	0,7
Ví dụ 9	AD-9	DEA	27,03	5,41	axit sulfuric	7,57	-	-	60,00	5	0,6
Ví dụ 10	AD-10	DEA	39,51	0,49	-	0,00	-	-	60,00	80	-
Ví dụ 11	AD-11	DEA	38,10	1,90	-	0,00	-	-	60,00	20	-
Ví dụ 12	AD-12	DEA	22,92	0,31	MSA	16,77	-	-	60,00	75	0,8
Ví dụ 13	AD-13	DIPA	7,77	19,43	MSA	12,79	-	-	60,00	0,4	1,8
Ví dụ 14	AD-14	DEA	24,34	4,87	axit sulfuric	10,79	-	-	60,00	5	0,95

Trong bảng 1, các thuật ngữ sau có các nghĩa như sau:

DEA: dietanolamin.

DIPA: diisopropanolamin.

DEG: dietylen glycol.

MSA: Axit metan sulfonic.

PTS: monohydrate của axit paratoluen sulfonic.

TEA: Trietanolamin (chất phản ứng).

TIPA: triisopropanolamin (chất phản ứng).

A/B: tỷ lệ khối lượng của dialkanolamin/dietylen glycol.

A/C: tỷ lệ mol của amin của dialkanolamin / (axit của axit sulfuric và hợp chất axit sulfonic).

Khối lượng trung bình của copolyme (chất phân tán) thu được bằng cách polyme hóa được trình bày trong các ví dụ sau được đo bằng sắc ký thẩm thấu gel.

Điều kiện đo

Thiết bị: Shodex GPC-101 (sản xuất bởi Showa Denko).

Cột: OHPak SB-G+SB-806M HQ+SB-806M HQ (sản xuất bởi Showa Denko).

Máy phát hiện: Khúc xạ kế vi sai (Differential Refractometer-RI)

Chất rửa giải: dung dịch có nước của natri nitrat 50mM.

Tốc độ dòng: 0,7 mL/phút.

Nhiệt độ cột: 40°C

Nồng độ mẫu: Dung dịch chất rửa giải có nồng độ mẫu là 0,5% theo trọng lượng.

Cơ chất chuẩn: polyetylen oxit, polyetylen glycol.

• Điều chế chất phân tán (PC-1):

Đầu tiên, 165,5g nước trao đổi ion, 133,4g α -metacryloyl- ω -metoxy-poly(n=45)oxyetylen, 22,2g axit metacrylic, 1,6g axit 3-mercaptopropionic được nạp vào bể phản ứng được trang bị máy đo nhiệt kế, máy khuấy, phễu nhỏ giọt, và ống dẫn nitơ (sau đây sử dụng cùng một lò phản ứng), và được hòa tan đồng nhất trong khi khuấy. Sau đó, không khí của hệ thống phản ứng trong đó các thành phần nêu trên được hòa tan, được thay thế bằng nitơ, và nhiệt độ của hệ thống phản ứng được cài đặt là 65°C trong bể nước. Sau đó, 27,3g dung dịch có nước của hydro peroxit 1,0% được thêm vào, sau đó duy trì ở 65°C trong 6 giờ để chấm dứt phản ứng polyme hóa. Sau đó, dung dịch có nước natri hydroxit 30% được thêm vào để điều chỉnh để đạt pH6, và nồng độ được điều chỉnh đến 40% bằng nước trao đổi ion để thu được hỗn hợp phản ứng. Trọng lượng phân tử trung bình khối của hỗn hợp phản ứng thu được đo được là 35000. Hỗn hợp phản ứng được sử dụng làm chất phân tán (PC-1).

• Điều chế chất phân tán (PC-2):

41,4g nước trao đổi ion được nạp vào bể phản ứng được trang bị nhiệt kế, máy khuấy, phễu nhỏ giọt, và ống dẫn nitơ, không khí được thay bằng nitơ trong khi khuấy, và nhiệt độ hệ thống phản ứng được cài đặt là 70°C trong bể nước nóng. Dung dịch có nước trong đó 188,0g α -metacryloyl- ω -metoxy-poly(n=130)oxyetylen, 12,0g axit metacrylic, 2,0g natri metalyt sulfonat và 4,0g axit 3-mercaptopropionic được hòa tan trong 188,0g nước trao đổi ion, được thêm từng giọt trên 3 giờ. Cùng lúc, dung dịch có nước của 3,0g amoni persulfat được hòa tan 260g nước trao đổi ion được thêm vào từng giọt trên 4 giờ, và sau đó, hệ thống phản ứng được duy trì ở 70°C trong 1 giờ để chấm dứt phản ứng polyme hóa. Sau đó, dung dịch có nước của natri hydroxit 30% được thêm vào để điều chỉnh đến pH6, và nồng độ được điều chỉnh đến 40% bằng nước trao đổi ion để

thu được hỗn hợp phản ứng. Trọng lượng phân tử trung bình khối của hỗn hợp phản ứng thu được đo được là 45000, Hỗn hợp phản ứng được sử dụng làm chất phân tán (PC-2).

• Điều chế chất phân tán (PC-3):

72,0g của nước trao đổi ion được nạp vào bể phản ứng được trang bị nhiệt kế, máy khuấy, phễu nhỏ giọt, và ống dẫn nitơ, không khí được thay thế bằng nitơ, và nhiệt độ hệ thống phản ứng được cài đặt là 70°C trong bể nước nóng. Sau đó, dung dịch có nước của 147,7g α -metacryloyl- ω -hydroxy-oxypropylen poly(n=68)oxyetylen, 135,0g nước trao đổi ion, 16,4g axit metacrylic và 1,0g mercaptoetanol được thêm vào từng giọt trên 3 giờ. Cùng lúc, dung dịch có nước trong đó 2,5g natri persulfat được hòa tan 22,9g nước trao đổi ion, được thêm vào từng giọt trên 4 giờ. Sau đó, hệ thống phản ứng được duy trì ở 70°C trong 1 giờ để chấm dứt phản ứng polyme hóa. Sau đó, dung dịch có nước của natri hydroxit 30% được thêm vào để điều chỉnh để đạt pH6, và nồng độ được điều chỉnh đến 40% bằng nước trao đổi ion để thu được hỗn hợp phản ứng. Trọng lượng phân tử trung bình khối của hỗn hợp phản ứng thu được đo được là 50,000, Hỗn hợp phản ứng được sử dụng làm chất phân tán (PC-3).

• Điều chế chất phân tán (PC-4):

98,2g α -(3-metyl-3-butenyl)- ω -hydroxy-poly(n=53) oxyetylen và 117,0g nước trao đổi ion được nạp vào bể phản ứng được trang bị nhiệt kế, máy khuấy, phễu lọc, và ống đưa nitơ vào, và được hòa tan một cách đồng nhất trong khi khuấy. Sau đó, không khí của hệ thống phản ứng trong đó các thành phần nêu trên được hòa tan, được thay thế bằng nitơ, và nhiệt độ của hệ thống phản ứng được cài đặt là 70°C trong bể nước nóng. Sau đó, 7,9g dung dịch hydro peroxit 3,5% được thêm vào từng giọt trên 3 giờ, và cùng lúc, dung dịch có nước trong đó 9,5g axit acrylic được hòa tan trong 47,2g nước trao đổi ion, được thêm vào từng giọt trên 3 giờ, và cùng lúc, dung dịch có nước trong đó 0,6g axit L-ascorbic và 0,6g axit 3-

mercaptopropionic được hòa tan trong 5,0g nước trao đổi ion, được thêm vào từng giọt trên 4 giờ. Sau đó, hệ thống phản ứng được duy trì ở 70° C trong 2 giờ để chấm dứt phản ứng polyme hóa. Sau đó, dung dịch có nước của natri hydroxit 30% được thêm vào để điều chỉnh tới pH6, và nồng độ được điều chỉnh đến 40% bằng nước trao đổi ion để thu được hỗn hợp phản ứng. Trọng lượng phân tử trung bình khối của hỗn hợp phản ứng xác định được là 46000. Hỗn hợp phản ứng được sử dụng làm chất phân tán (PC-4).

- Điều chế chế phẩm thủy lực (Ví dụ 15-28 và ví dụ so sánh 1-6):

Chế phẩm thủy lực được điều chế theo cách sau. Xi măng Portland thông thường (trộn 3 loại của hãng Taiheiyo Cement Corporation, Ube-Mitsubishi Cement Corporation và Sumitomo Osaka Cement Co., Ltd cùng lượng, và trọng lượng riêng là 3,16), cốt liệu mịn (Oigawa River water-system sand, trọng lượng riêng = 2,58), và cốt liệu thô (Okazaki đá nghiền, trọng lượng riêng = 2,66) được đưa tuần tự vào máy trộn 2 trục cường bức 55-L theo tỷ lệ được trình bày trong bảng 2 và trộn khô 10 giây. Sau đó, để độ lún mục tiêu là $18 \pm 2,0$ cm và lượng không khí là 2,0% hoặc ít hơn, chất phân tán và chất chống tạo bọt (AFK-2 (tên thương mại) sản xuất bởi Takemoto Oil & Fat Co., Ltd.) được thêm vào nước nhào ở lượng là 0,005% xi măng, và chất phân tán và chất chống tạo bọt được coi là một phần của nước nhào, mà được đưa vào nước nhào, và được nhào trong 90 giây. Kết quả được tóm tắt trong bảng 3.

Bảng 2

Tỷ lệ nước/xi măng (%)	Tỷ lệ cốt liệu mịn (%)	Đơn vị định lượng (kg/m ³)			
		Nước	Xi măng	Cốt liệu mịn	Cốt liệu thô
40,0	48,1	170	425	846	926

- Độ lún: Chế phẩm thủy lực ngay sau khi nhào được đo theo JIS-A1150,

- Thể tích không khí: Chế phẩm bê tông ngay sau khi nhào được đo theo JIS-A1128.

- Độ bền chịu nén: Dựa trên JIS-A1132, bê tông được đổ vào ba khuôn dạng khuôn mẫu bê tông bằng thiếc hình trụ (tên thương mại "Summit Mold" được sản xuất bởi Sumitomo Corporation, đường kính của bề mặt đáy của khuôn: 100mm, chiều cao của khuôn: 200mm) bằng phương pháp đóng gói hai lớp. Sau đó, bê tông được làm cứng bằng cách đóng rắn trong không khí ở 20°C ở phòng là 20°C. Hai mươi tư giờ sau khi điều chế bê tông, mẫu đã cứng được tách khỏi khuôn để thu được mẫu. Độ bền 24 giờ của mẫu được đo trên cơ sở JIS-A1108 và giá trị trung bình của ba mẫu được xác. Ngoài ra, mẫu khác được điều chế theo cùng cách như mô tả ở trên, tách khuôn theo cùng cách, và sau đó đóng rắn trong nước ở 20°C trong 14 ngày, và độ bền 14 ngày của mẫu được đo trên cơ sở JIS-A1108, và thu được giá trị trung bình của ba mẫu.

- Độ bền nén đóng rắn bằng nhiệt: Dựa trên JIS-A1132, bê tông được đổ vào ba khuôn dạng khuôn mẫu bê tông bằng thiếc hình trụ (sản xuất bởi Sumitomo Corporation với tên thương mại "Summit Mold", đường kính bề mặt đáy của khuôn là 100mm, và chiều cao của khuôn là 200mm) bằng phương pháp đóng gói hai lớp. Trên đỉnh của bê tông đã đổ khuôn được san bằng và chụp lại bằng giấy bọc polyetylen. Mẫu được đóng rắn trong không khí (20°C) trong 2 giờ từ khi bơm nước, sau đó chuyển bộ điều nhiệt được làm ấm đến 65°C, và tiếp tục đóng rắn trong 3 giờ. Sau thời gian đóng rắn đã định, các mẫu đã đóng rắn được tách khuôn ra khỏi khuôn để thu được mẫu. Độ bền 5 giờ của mẫu được đo trên cơ sở JIS-A1108 và giá trị trung bình của ba mẫu được xác định. Kết quả được trình bày trong bảng 3.

Bảng 3

Mục	Loại chất phân tán	Tốc độ bổ sung (Cx%)	Loại phụ gia	Tốc độ bổ sung (Cx%)	Độ lún (cm)	Thể tích không khí (%)	Độ bền 24 giờ (Đóng rắn tiêu chuẩn) (N/mm ²)	Độ bền 14 ngày (Đóng rắn tiêu chuẩn) (N/mm ²)	Độ bền 5 giờ (Đóng rắn bằng nhiệt) (N/mm ²)
Ví dụ 15	PC-2	0,300	AD-1	0,647	18,2	1,5	14,1	62,8	5,49
Ví dụ 16	PC-3	0,300	AD-2	0,814	18	1,6	14,3	62,4	5,32
Ví dụ 17	PC-3	0,300	AD-3	0,504	18,5	1,7	13,9	62,5	5,54
Ví dụ 18	PC-4	0,300	AD-4	0,486	18,1	1,5	14,0	62,1	5,58
Ví dụ 19	PC-2	0,300	AD-5	0,332	18,6	1,3	14,1	62,9	5,43
Ví dụ 20	PC-4	0,300	AD-6	1,728	18,9	1,4	14,1	63,0	5,21
Ví dụ 21	PC-2	0,300	AD-7	1,245	18,1	1,4	14,0	62,5	5,34
Ví dụ 22	PC-3	0,300	AD-8	0,370	17,6	1,8	14,1	61,9	5,46
Ví dụ 23	PC-2	0,300	AD-9	0,506	17,9	1,4	13,8	62,8	5,38
Ví dụ 24	PC-1	0,300	AD-10	0,263	18	1,3	14,1	62,6	4,96
Ví dụ 25	PC-1	0,300	AD-11	0,654	18,6	1,7	13,9	62,4	4,92
Ví dụ 26	PC-1	0,300	AD-12	0,515	17,5	1,6	13,8	62,1	4,84
Ví dụ 27	PC-2	0,300	AD-13	0,205	17,5	1,6	13,6	61,0	4,56
Ví dụ 28	NA	1,000	AD-1	0,230	17,8	1,7	14,3	62,0	4,71
Ví dụ so sánh 1	PC-1	0,300	-	0,230	17,5	1,7	11,3	62,6	3,98
Ví dụ so sánh 2	PC-1	0,300	DEA	0,100	18,3	1,5	13,2	58,1	4,30
Ví dụ so sánh 3	PC-1	0,300	TEA	0,100	18,1	1,9	14,0	58,1	3,82
Ví dụ so sánh 4	PC-1	0,300	Axit sulfuric	0,100	18	1,4	11,8	62,5	4,19
Ví dụ so sánh 5	PC-1	0,300	MSA	0,150	17,8	1,5	12,0	62,9	4,26
Ví dụ so sánh 6	PC-1	0,300	DEG	2,000	18,2	1,5	14,0	54,7	4,54

Trong bảng 3, các thuật ngữ sau chỉ ra các nghĩa sau: Việc mô tả các thuật ngữ này như trình bày trong bảng 1 sẽ được bỏ qua. Trong ví dụ so sánh 2 đến 6, mỗi chất phụ gia được sử dụng như là một chất phản ứng.

Tốc độ bổ sung: Tốc độ bổ sung (%) khi so với xi măng.

NA: Chất ngưng tụ formaldehyt của naphtalen sulfonat (Polefine 510-AN (tên thương mại) sản xuất bởi Takemoto Oil & Fat Co., Ltd. nồng độ 40%).

Kết quả

Ví dụ từ 15 đến 28 đã khẳng định rằng việc sử dụng chất phụ gia chứa đialkanolamin và dietylen glycol cho thấy giá trị cao hơn trong tất cả độ bền 24 giờ, độ bền 14 ngày, và độ bền 5 giờ so với trong ví dụ so sánh từ 1 đến 6.

Khả năng áp dụng công nghiệp

Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực theo sáng chế được sử dụng như là chất phụ gia trong điều chế chế phẩm thủy lực.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực để sử dụng trong chế phẩm thủy lực chứa chất kết dính thủy lực, trong đó chất phụ gia này bao gồm đialkanolamin và dietylen glycol;
trong đó đialkanolamin là dietanolamin và/hoặc diisopropanolamin;
trong đó tỷ lệ khối lượng của đialkanolamin đã nêu so với dietylen glycol đã nêu (đialkanolamin/dietylen glycol) nằm trong khoảng từ 0,2 đến 100; và
trong đó chất phụ gia được sử dụng để điều chế chế phẩm thủy lực bằng cách thêm nước nhào với chất kết dính thủy lực.
2. Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực theo điểm 1, còn bao gồm axit sulfuric và/hoặc hợp chất axit sulfonic.
3. Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực theo điểm 2, trong đó hợp chất axit sulfonic là axit toluen sulfonic hoặc axit metan sulfonic.
4. Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực theo điểm 2 hoặc 3, trong đó tỷ lệ mol của amin của đialkanolamin so với axit của axit sulfuric và hợp chất axit sulfonic (amin của đialkanolamin/(axit của axit sulfuric và hợp chất axit sulfonic) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2.
5. Chất phụ gia cho chế phẩm thủy lực theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, còn bao gồm chất phân tán.