



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 87104392.0

[51] Int.Cl⁴
C07C139/00

[43] 公开日 1989年1月25日

[22] 申请日 87.6.25
[71] 申请人 清华大学
地址 北京市海淀区清华园
[72] 发明人 卢璋 胡淑珍

[74] 专利代理机构 清华大学专利事务所
代理人 黄学信

C07C143/24 C04B 24/22

说明书页数: 5 附图页数:

[54] 发明名称 烷芳磺酸萘磺酸醛缩合物高效减水剂

[57] 摘要

烷芳磺酸萘磺酸醛缩合物高效减水剂, 是一种提高混凝土(或者砂浆、净浆)流动性的外加剂。它是由化学合成的烷基芳香族磺酸盐和萘磺酸盐甲醛缩合物所组成。本发明的高效减水剂与已有高效减水剂相比, 增加水泥浆或混凝土拌合物流动性更多, 减水作用更大, 分散作用更好, 从而使水泥浆或混凝土的强度更高, 也可更多的节省水泥, 它同时具有较好的增加流动性随时间不过分降低的能力。

< 20 >

1. 一种以 $C_2 \sim C_{10}$ 的烷基及包括苯、萘、蒽、菲等芳香族磺酸盐组成的烷基芳香族磺酸盐和以核体数 $2 \sim 13$ 的萘磺酸盐甲醛缩合物组成的高效减水剂。

2. 一种合成烷基芳香族磺酸盐的方法，其特征在于取一份芳烃加催化剂在室温下慢慢加入1份重的烷化剂，反应1小时，再加入1.1份重量的硫酸磺化，在 $50 \sim 65^\circ\text{C}$ 下恒温3小时，当样品水溶性合格后，加入碱类中和至中性。

烷芳磺酸萘磺酸醛缩合物 高效减水剂

本发明属于一种提高混凝土（或者砂浆、净浆）流动性的外加剂。

混凝土是由水泥、砂、石和水组成的复合材料。新鲜拌制的混凝土拌合物的流动性对能否正常施工浇注、捣实有密切关系，而加入水量的多少与其流动性有直接关系。加水越多，流动性越好。混凝土硬化后的强度则主要决定于用水量的多少（在其它因素基本一致的情况下），用水量越少，混凝土强度就越高。这是两种相反作用的因素。因而，在一般混凝土工程中为了取得较好的强度，又须有相当的流动性，故只能取用一定的用水量，用水量再少则无法施工。

为了提高混凝土拌合物流动性，加入了减水剂或高效减水剂，由于这些外加剂的一系列的物理、化学作用，在不增加用水量情况下，使混凝土拌合物的流动性大大提高了，其中提高的幅度大的称作高效减水剂。

目前，在我国市场上已经大量销售及工程中大量使用的高效减水剂有NF、UNF、FDN、SN等（属于萘磺酸盐甲醛缩合物为主要成分），以及SM（三聚氰胺甲醛缩合物）等，使用效果均比较好。在国外，有玛以太（萘磺酸盐甲醛缩合物）类及密胺树脂等，使用效果也比较好。

本发明的主要目的是在原有高效减水剂基础上，通过化学合成制出新的复合物，将该种成分以合适的比例掺入到原有高效减水剂（萘磺酸盐甲醛缩合物为主）中，使其减水、分散作用比单用一种减水剂更加提高，得到一种有更高效能的高效减水剂，本发明的另一个目的，就是利用它可以改善减水剂增加流动性随时间变化而变小的这个弱点，从而为施工可以提供更长的允许工作时间。

本发明的特征在于，由化学合成的烷基芳香族磺酸盐和萘磺酸盐甲醛缩合物组成一种高效减水剂。烷基芳香族磺酸盐是包括从 $C_2 \sim C_{10}$ 的烷基及包括苯、萘、蒽、菲等组成的磺酸盐类。萘磺酸盐甲醛缩合物包括其萘核数从2~13的低缩合物及高缩合物的物质。

烷芳基磺酸盐是这样制造的，取1份芳烃，加适量的催化剂（例如三氯化铝等），在室温下慢慢加入1份重的烷化剂（例如卤代物、酸类等）反应约1小时，再加入1·1份重量的硫酸磺化，在 $50 \sim 60^\circ C$ 下恒温3小时，当样品水溶性合格后（即可组成透明水溶液），加入适量的碱类（例如氢氧化钠）中和至中性，干燥后即成产品。

萘磺酸醛缩合物制备工艺如下，取一份重的萘加1·1份重量的硫酸在 $125^\circ C$ 以上温度进行磺化反应3小时，然后加水水解，维持酸度在25%以上，再加0·8份重量的甲醛缩合，其间控制温度小于 $100^\circ C$ ，加醛类以后，升温至 $105 \sim 108^\circ C$ ，恒温1—2小时，产品沉降合格后（1小时沉降量小于10mm），即用碱类中和至中性，干燥后即为成品。

将此二种产品按比例充分混合均匀后，即成为本发明所述的高效减水剂。

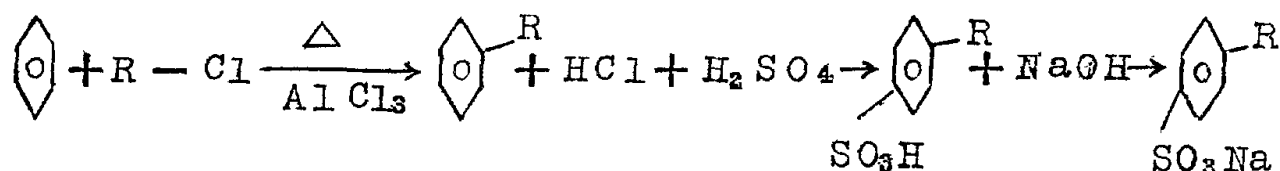
本发明的高效减水剂可以干粉形加到水泥或者加到混凝土拌合物中，其掺加量为水泥重量的0·1~1·5%，加量少于0·1%，效果不明显，而大于1·5%，不仅对流动性增加已不显著，且经济上就不利了。一般掺量范围为0·3%到1·0%，最优掺加量为0·5%~0·75%，本高效减水剂以干粉直接撒于混凝土拌合物中，干粉拌合均匀后，再加水搅拌成拌合物。

本发明的高效减水剂与目前国内已有高效减水剂相比，增加水泥浆或混凝土拌合物流动性更多，减水作用更大，分散作用更好。从而使水泥浆或混凝土的强度更高，也可更多的节约水泥，它同时具有较好的增加流动性随时间不过分降低的能力。此外，也具有一定的缓凝作用，同时它对已

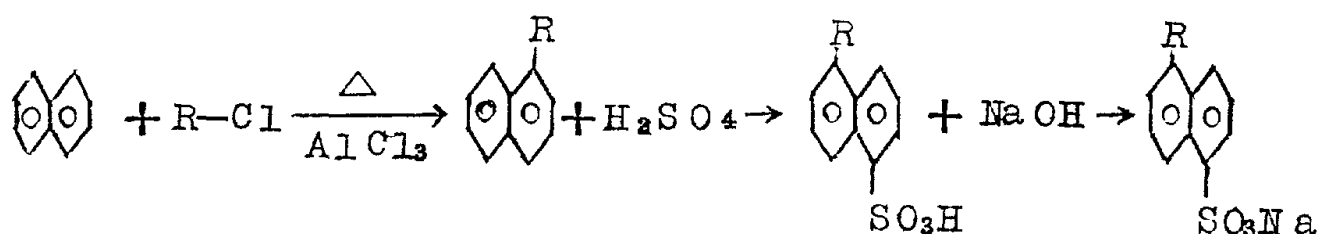
有的一些萘磺酸盐甲醛缩合物类高效减水剂的适应性均较好。

合成烷基芳香族磺酸盐的实施例

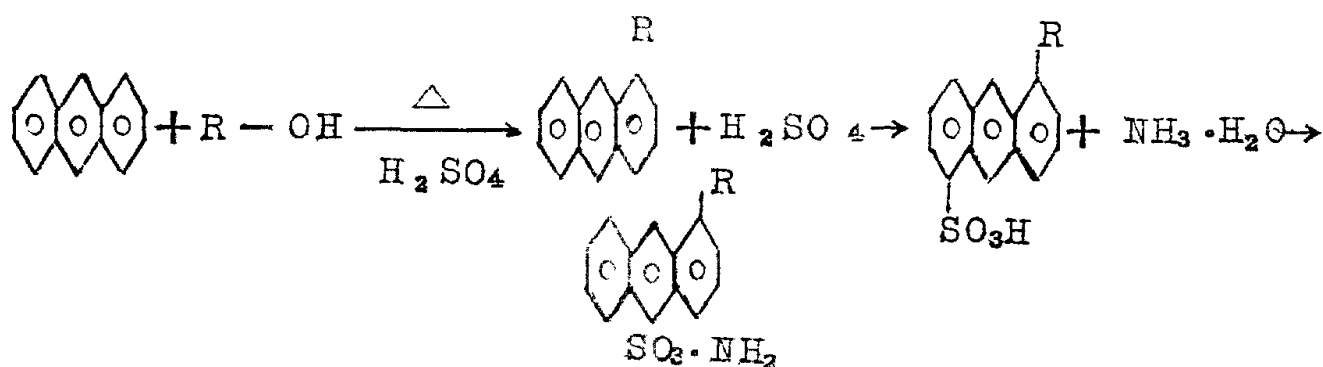
1. 取 1 mol (摩尔) 苯加入 0.5 mol 卤代烷, 加热至 70°C, 加入催化剂三氯化铝 0.02 mol, 在该温度下反应 3 小时, 然后加入发烟硫酸 1.3 mol, 保持 75°C 条件下, 反应 2 小时, 再加入氢氧化钠使 PH 维持在 9 以上, 经浓缩、干燥成产品



2. 取 1 mol (摩尔) 萘, 加热至 85°C 以上, 加催化剂 AlCl₃ 0.02 mol, 再加入烷化剂卤代癸烷 0.25 mol, 在该温度下反应 3 小时, 再升温至 100°C ± 2°C 内反应 2 小时, 以适量 10% HCl 洗数次, 以去离子水洗至中性, 再将此脱水后物质中加入 1.3 mol 浓硫酸 (98% 以上), 在 1130°C 以上磺化 3 小时, 加入碳酸钠至溶液 PH 近于 9, 经浓缩、干燥成产品。



3. 取 1 mol (摩尔) 蒽, 加入戊醇 1.4 mol, 加入催化剂 (AlCl₃, 酸等), 加热至 45°C 左右, 反应 3 小时, 继续加入 1 mol 硫酸 (发烟硫酸与浓硫酸混合物), 在 75°C 以下, 反应 3 小时, 加入氨水, 使溶液的 PH > 8, 然后浓缩、干燥成产品。



以下使用本发明的高效减水剂的一系列试验，说明了其效果。

表1 不同比例 A₁ (烷基芳香族磺酸盐) 与 A₂ (萘磺酸甲醛缩合物) 时的净浆流动度

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
萘磺酸盐 甲醛缩合物	3.0g	2.9g	2.8g	2.7g	2.55g	2.4g	2.1g	1.5g	0.9g
烷基芳香族 磺酸盐	0g	0.1g	0.2g	0.3g	0.45g	0.6g	0.9g	1.5g	2.1g
净浆流动度 (mm)	243	268	275	278	280	280	273	250	200

表2 不同掺加量下，本发明高效减水剂与原有高效减水剂的净浆流动度

掺加量 (占水泥重%)	1.0%	0.9%	0.8%	0.7%	0.5%	0.3%
萘磺酸盐甲醛缩合物 NF	240 mm	240 mm	242 mm	240 mm	227 mm	177 mm
本发明高效减水剂	270 mm	260 mm	260 mm	255 mm	250 mm	215 mm

表3 一定掺加量下, 净浆流动度随停放时间的变化

停放时间(分)	0	15	30	45	60
萘磺酸盐甲醛缩合物 1%	240mm	210mm	205mm	210mm	210mm
本发明高效减水剂1%	265mm	260mm	245mm	233mm	230mm

表4 本发明的组分A₁ 对国内现有萘磺酸盐甲醛缩合物类
高效减水剂效果

	NF	FDN	UNF	
该剂本身流动度 mm	240	240	245	
本发明复合后流动度 mm	270	278	275	

表5 本发明高效减水剂对水泥凝结时间的影响 (525普硅水泥)

	NF	本发明
初凝 (时:分)	4:30	6:30
终凝 (时:分)	5:30	8:30