



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C04B 24/26 (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2014141155, 14.03.2013

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
14.03.2013

Дата регистрации:
28.03.2018

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
14.03.2012 JP 2012-058029

(43) Дата публикации заявки: 10.05.2016 Бюл. № 13

(45) Опубликовано: 28.03.2018 Бюл. № 10

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 14.10.2014

(86) Заявка РСТ:
JP 2013/057226 (14.03.2013)

(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2013/137400 (19.09.2013)

Адрес для переписки:
129090, Москва, ул. Б. Спасская, 25, строение 3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры"

(72) Автор(ы):

**ИКЕДА Акира (JP),
КОСИСАКА Сеити (JP),
САТО Кацutosи (JP)**

(73) Патентообладатель(и):

ЙОСИНО ДЖИПСУМ КО., ЛТД. (JP)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: JP 2009161621 А, 23.07.2009. RU
2416581 С2, 20.04.2011. WO 2008032799 А1,
20.03.2008. JP 2011136844 А, 14.07.2011.

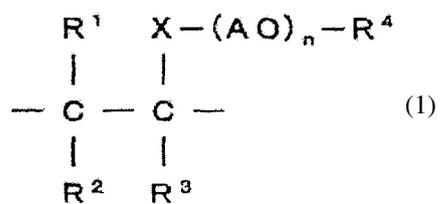
(54) ДИСПЕРГИРУЮЩАЯ ДОБАВКА ДЛЯ ГИПСА

(57) Реферат:

В настоящем изобретении обеспечивают диспергирующую добавку для гипса, которую используют при производстве гипсовых плит и других форм. Достижимый результат - улучшение текучести гипсовой суспензии, даже если используемые необработанные гипсовые материалы отличаются друг от друга по качеству и не вызывают задержку затвердевания гипсовой суспензии. Диспергирующую добавку для гипса характеризуют содержанием (А) полимера поликарбоневой кислоты и (Б) полиамид полиамина, который получают по реакции

полиалкилен полиамина и двухосновной кислоты в качестве необходимых компонентов и/или алкиленоксидного аддукта полиамид полиамина. Соотношение компонента (А) и компонента (Б) равно (А):(Б) = от 1:1 до 30:1, по массе. Полимер (А) поликарбоневой кислоты включает структурный элемент, полученный из (а) ненасыщенного мономера полиалкиленгликоля, и структурный элемент, полученный из (б) мономера ненасыщенной карбоневой кислоты. Структурный элемент, полученный из (а) ненасыщенного мономера полиалкиленгликоля,

представляют общей Формулой (1):



где каждый из R^1 , R^2 , R^3 и R^4 обозначает независимо друг от друга атом водорода или C_{1-22} углеводородную группу, X обозначает -COO-, AO обозначает C_{2-4} алкиленокси-группу, и n обозначает количество молей добавленных алкиленокси-групп и равно целому числу от 1 до 200. 3 табл., 8 пр.

R U 2 6 4 8 7 8 1 C 2

R U 2 6 4 8 7 8 1 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C04B 24/26 (2006.01)

(21)(22) Application: **2014141155, 14.03.2013**

(24) Effective date for property rights:
14.03.2013

Registration date:
28.03.2018

Priority:

(30) Convention priority:
14.03.2012 JP 2012-058029

(43) Application published: **10.05.2016** Bull. № 13

(45) Date of publication: **28.03.2018** Bull. № 10

(85) Commencement of national phase: **14.10.2014**

(86) PCT application:
JP 2013/057226 (14.03.2013)

(87) PCT publication:
WO 2013/137400 (19.09.2013)

Mail address:

**129090, Moskva, ul. B. Spasskaya, 25, stroenie 3,
OOO "Yuridicheskaya firma Gorodisskiji Partnery"**

(72) Inventor(s):

**IKEDA Akira (JP),
KOSISAKA Seiiti (JP),
SATO Katsutosi (JP)**

(73) Proprietor(s):

JOSINO DZHIPSUM KO., LTD. (JP)

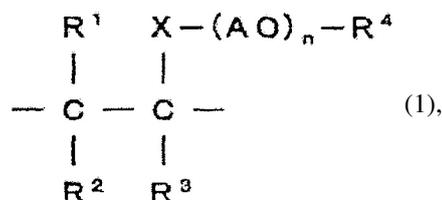
(54) **GYPSUM DISPERSANT**

(57) Abstract:

FIELD: manufacturing technology.

SUBSTANCE: present invention provides a gypsum dispersant, which is used in the manufacture of gypsum boards and other forms. Gypsum dispersant, characterized by comprising (A) a polycarboxylic acid polymer and (B) a polyamide polyamine obtained by a reaction of a polyalkylene polyamine and a dibasic acid as essential components, and/or an alkylene oxide adduct of the polyamide polyamine. Ratio of component (A) and component (B) is (A):(B) = 1:1 to 30:1, as a mass ratio. Polycarboxylic acid polymer (A) includes a structural unit derived from (a) a polyalkylene glycol unsaturated monomer, and a structural unit derived from (b) an unsaturated carboxylic acid monomer. Structural

unit derived from (a) polyalkylene glycol unsaturated monomer is presented by General Formula (1):



where each of R¹, R², R³ and R⁴ is independently a hydrogen atom or a C₁₋₂₂ hydrocarbon group, X is -COO-, AO is C₂₋₄ alkylene oxy group, and n is the number of moles of added alkylene oxy groups and is 1 to 200.

EFFECT: achieved result is an improvement in the fluidity of the gypsum slurry, even if gypsum raw materials used are different in quality and that do not

induce delay of curing of gypsum slurry.
1 cl, 8 ex, 3 tbl

R U 2 6 4 8 7 8 1 C 2

R U 2 6 4 8 7 8 1 C 2

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

[0001] Настоящее изобретение относится к диспергирующей добавке для гипса, которую добавляют при производстве разнообразных гипсовых форм, таких как гипсовые плиты, для того, чтобы улучшить текучесть гипсовой суспензии, состоящей

5

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

[0002] Гипсовые плиты широко используют в основном в качестве внутренних материалов в зданиях благодаря отличной огнестойкости, звукоизоляционным и теплоизоляционным свойствам, а также их доступности по низким ценам. Гипсовые

10 плиты обычно производят методом приливания. По этому методу гипсовую суспензию, состоящую из прокаленного гипса, воды, диспергирующей добавки и одной или нескольких других добавок, перемешивают и замешивают с пенопластом в смесительной

15 установке; смесь заливают между листами бумаги-основы для того, чтобы сформировать трехслойную структуру; регулируют толщину и ширину, затем выдерживают, обрезают, высушивают и получают гипсовую плиту. Доступны различные типы гипсовых плит, такие как нормальные плиты, твердые плиты, армированные плиты и декоративные

плиты. Хотя тип добавки, степень смешивания, добавление армированных материалов и т.п. можно изменить в зависимости от параметров, требуемых для каждой из плит, плиты можно производить по одинаковому методу.

20

[0003] Когда получают гипсовую суспензию, диспергирующую добавку используют для того, чтобы увеличить растяжимость гипсовой плиты по бумаге-основе, а также уменьшить удельное количество воды при получении гипсовой суспензии. Это улучшает высушивающую способность гипсовой суспензии и повышает плотность штампочной

25 плиты так, что получается плита высокой прочности.

25

Вещества на основе формальдегида, такие как нафталинсульфонат-формальдегидный конденсат, меламинсульфонат-формальдегидный конденсат и формальдегидный конденсат бисфенола с аминобензолсульфокислотой, обычно широко используют в качестве диспергирующих добавок для гипса (см. Патентные Документы 1 и 2).

30

Патентный Документ 3 описывает самовыравнивающуюся водную гипсовую смесь, имеющую высокую текучесть (сыпучесть) и отличные самовыравнивающие свойства, которую изготавливают добавлением диспергирующей добавки на основе

35 поликарбоновой кислоты в водную гипсовую смесь.

35

[0004] Патентный Документ 4 описывает диспергирующую добавку для гипса, которую характеризуют содержанием водорастворимого амфотерного полимерного

40 вещества в качестве главного компонента. Водорастворимое амфотерное полимерное вещество содержит структурный элемент, в составе которого есть атом азота, выбранный из амидной группы, аминогруппа и иминогруппа; структурный элемент, в составе которого есть карбоксильная группа; и структурный элемент, в составе которого есть полиалкиленгликольная группа, и вещество, полученное полимеризацией. Однако, вследствие примесей, содержащихся в необработанных гипсовых материалах, эффекты диспергирующей добавки могут проявляться непостоянно, поэтому требуется усовершенствование.

45

Предшествующий уровень техники

Патентные документы

[0005] Патентный документ 1: японский патент No. 3067811 (JP 3067811 B2).

Патентный документ 2: японский патент No. 3733821 (JP 3733821 B2).

Патентный документ 3: опубликованная японская рассмотренная патентная заявка No. S64-1426 (JP S64-1426 B).

Патентный документ 4: опубликованная японская патентная заявка No. 2007-320786 (JP 2007-320786 A).

СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Проблема, которая должна быть решена изобретением

5 [0006] Хотя вышеупомянутые обычные диспергирующие добавки на основе поликарбоновой кислоты обладают отличной дисперсностью гипсовой суспензии при правильно выбранных условиях использования, таких как единица рН, они также вызывают замедленное затвердевание, что приводит к уменьшению эффективности гипсовых плит.

10 Есть широкий спектр необработанных гипсовых материалов, таких как импортируемый натуральный гипс, десульфурованный гипс, выделяемый при десульфуризации дымовых газов установками десульфуризации, используемыми на электростанциях или металлургических комбинатах; вторичный гипс, такой как фосфорнокислый гипс и фторогипс; и переработанный гипс, отделенный и извлеченный
15 из отработанных гипсовых плит. Смеси изготавливают по первоначальным заводским пропорциям для использования гипса, чтобы уменьшить расходы на транспортировку и т.п. Соответственно, примеси и т.п., содержащиеся в гипсе, на фабриках отличаются друг от друга, следовательно, свойства пластифицирующей добавки для гипса могут быть проверены не полностью.

20 [0007] Принимая во внимание вышеописанные недостатки, такие как проблема, которая должна быть решена настоящим изобретением, настоящее изобретение обеспечивает диспергирующую добавку к гипсу и гипсовую добавку, которая улучшает текучесть гипсовой суспензии, даже если используемые необработанные гипсовые материалы отличаются друг от друга по качеству, и которая не вызывает замедленного
25 затвердевания гипсовой суспензии.

Средство решения проблемы

[0008] В результате тщательного исследования по решению вышеописанной проблемы изобретатели настоящего изобретения обнаружили настоящее изобретение.

30 Более конкретно, настоящее изобретение относится к диспергирующей добавке для гипса, которая отличается содержанием: (А) полимера поликарбоновой кислоты и (Б) полиамид полиамина, полученного реакцией полиалкилен полиамина и двухосновной кислоты в качестве необходимых компонентов и/или алкиленоксидного аддукта полиамид полиамина.

35 [0009] Настоящее изобретение также относится к гипсовой добавке, содержащей: полиамид полиамин, полученный по реакции полиалкилен полиамина и двухосновной кислоты в качестве необходимых компонентов и/или алкиленоксидного аддукта полиамид полиамина, которую смешивают, чтобы улучшить текучесть гипсовой суспензии.

Эффект изобретения

40 [0010] (А) полимер поликарбоновой кислоты используют в сочетании с (Б) полиамид полиаминами, полученными конденсацией полиалкилен полиамина и двухосновной кислоты, и/или алкиленоксидного аддукта полиамид полиамина, в диспергирующей добавке для гипса в настоящем изобретении. Благодаря этому, даже если используемые необработанные гипсовые материалы отличаются по качеству, можно обеспечить
45 достаточную текучесть в независимости от типа.

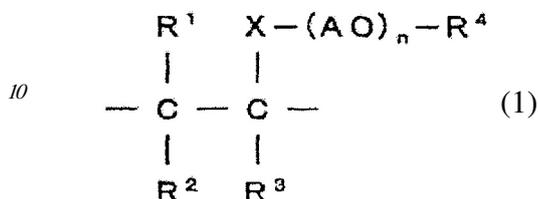
Более того, при добавлении диспергирующей добавки для гипса к гипсовой суспензии гипсовые плиты могут быть произведены без снижения продуктивности.

СПОСОБЫ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ ИЗОБРЕТЕНИЯ

[0011] Здесь и далее, настоящее изобретение будет объяснено в деталях.

[0012] В качестве (А) предпочтительно используют полимер поликарбоновой кислоты: полимер, содержащий структурный элемент, полученный из (а) ненасыщенного мономера полиалкиленгликоля, и структурный элемент, полученный из (б) мономера ненасыщенной карбоновой кислоты.

[0013] Структурный элемент, полученный из (а) ненасыщенного мономера полиалкиленгликоля, представляют общей Формулой (1):



где каждый из R^1 , R^2 , R^3 и R^4 обозначает независимо друг от друга атом водорода или C_{1-22} углеводородную группу, X обозначает $-COO-$ или $-(CH_2)_aO-$, a обозначает целое число от 1 до 20, AO обозначает C_{2-4} алкиленокси-группу, и n обозначает количество молей добавленных алкиленокси-групп и равно целому числу от 1 до 200.

[0014] В формуле (1), каждый из R^1 , R^2 , R^3 и R^4 обозначает независимо друг от друга атом водорода или C_{1-22} углеводородную группу, предпочтительно атом водорода или C_{1-8} алкильную группу, и более предпочтительно атом водорода, метильную группу, этильную группу, пропильную группу или бутильную группу.

AO обозначает C_{2-4} алкиленокси-группу, и соответствующие конкретные примеры включают в себя этиленоксидную группу, пропиленоксидную группу и бутиленоксидную группу. Когда AO состоит из двух или более типов алкиленоксидных групп, эти алкиленоксидные группы могут быть любыми при добавлении блоками или произвольном добавлении.

n обозначает количество молей добавленных алкиленокси-групп и равно целому числу от 1 до 200, предпочтительно от 5 до 120, более предпочтительно от 10 до 100, и еще более предпочтительно от 40 до 100.

[0015] Следующие конкретные примеры (а) ненасыщенного мономера полиалкиленгликоля

Алкоксиполиалкиленгликоль моно(мет)акрилаты, такие как метоксиполиэтиленгликоль моно(мет)акрилат, метокси{полиэтиленгликоль(поли)пропиленгликоль} моно(мет)акрилат, этоксиполиэтиленгликоль моно(мет)акрилат, этокси{полиэтиленгликоль(поли)пропиленгликоль} моно(мет)акрилат, пропоксиполиэтиленгликоль моно(мет)акрилат, пропокси{полиэтиленгликоль(поли)пропиленгликоль} моно(мет)акрилат, бутоксиполиэтиленгликоль моно(мет)акрилат, бутокси{полиэтиленгликоль(поли)пропиленгликоль} моно(мет)акрилат; и аддукты ненасыщенного спирта и полиалкиленгликоля, такие как виниловоспиртовой аддукт алкиленоксида, (мет)аллиловый спиртовой аддукт алкиленоксида, 3-бутен-1-оловый аддукт алкиленоксида, изопрен спирт(3-метил-3-бутен-1-оловый) аддукт алкиленоксида, 3-метил-2-бутен-1-оловый аддукт алкиленоксида, 2-метил-3-бутен-2-оловый аддукт алкиленоксида, 2-метил-2-бутен-1-оловый аддукт алкиленоксида и 2-метил-3-бутен-1-оловый аддукт алкиленоксида. Обратите внимание, что в настоящем изобретении (мет)акрилат относится к акрилату и к метакрилату, и (мет)аллиловый спирт относится к аллиловому спирту и к метиллиловому спирту.

[0016] Конкретные примеры (б) мономера ненасыщенной карбоновой кислоты

включают в себя акриловую кислоту, метакриловую кислоту, малеиновую кислоту, фумаровую кислоту, итаконовую кислоту и ненасыщенную жирную кислоту, а также следующие ангидриды кислот, такие как малеиновый ангидрид. Среди них особенно предпочитают метакриловую кислоту.

5 [0017] В (А) полимере поликарбоновой кислоты примеры (в) сополимеризующихся мономеров, отличных от вышеописанных мономеров (а) и (б), включают в себя следующие известные мономеры: (1) (не)водные мономеры: метил (мет)акрилат, этил (мет)акрилат, бутил(мет)акрилат, стирен и т.п.; (2) анионные мономеры: винилсульфонаты, стиренсульфонаты, фосфоэфиры метакриловой кислоты и т.п.; (3) 10 амидные мономеры: акриламид, алкиленоксидный аддукт акриламида и т.п.; (4) полиамид полиаминные мономеры: продукт конденсации полиамид полиамина, который будет описан далее, и (мет)акриловая кислота, которая содержит алкиленоксид, если необходимо.

[0018] Соотношение мономеров (а) к (в) при сополимеризации предпочтительно 15 равно (а):(б):(в) = от 50 до 95:от 5 до 50:от 0 до 40 и более предпочтительно (а):(б):(в) = от 70 до 90:от 10 до 30:от 0 до 20, по массе.

[0019] Метод производства (А) полимера поликарбоновой кислоты не особенно ограничен, и могут быть использованы известные методы полимеризации, такие как полимеризация в растворе или блок-сополимеризация, в которых используют 20 инициаторы полимеризации. Хотя молекулярная масса тоже не особенно ограничена, ее предпочтительно варьируют в диапазоне от 5000 до 100000 в качестве средневзвешенной молекулярной массы (определяют по гельпроникающей хроматографии, относительно полиэтиленгликоля), чтобы достичь хорошей дисперсности.

25 Предпочтительно (А) полимер поликарбоновой кислоты содержится в диспергирующей добавке для гипса в настоящем изобретении в частично или полностью нейтрализованной форме, которую нейтрализуют нейтрализатором, таким как гидроксид лития, гидроксид калия, гидроксид натрия, аммония, алкиламин или органический амин.

30 [0020] (Б) полиамид полиамин, полученный по реакции полиалкилен полиамина и двухосновной кислоты в качестве необходимых компонентов и/или алкиленоксидного аддукта полиамид полиамина, будет объяснен.

[0021] Примеры полиалкилен полиамина включают в себя диэтилен триамин, триэтилен тетрамин, тетраэтилен пентамин, пентаэтилен гексамин, дипропилен триамин, 35 трипропилен тетрамин, тетрапропилен пентамин и другие высокомолекулярные полиалкилен полиаминовые смеси.

[0022] Примеры двухосновной кислоты включают в себя двухосновную кислоту, содержащую малоновую кислоту, сукциновую кислоту, фумаровую кислоту, малеиновую кислоту, глутаровую кислоту, адипиновую кислоту, пимелиновую кислоту, фталевую 40 кислоту, азелаиновую кислоту, себациновую кислоту в качестве базовой основы; и алкильные сложные эфиры и галиды двухосновных кислот этих двухосновных кислот.

[0023] Реакционное молярное соотношение полиалкилен полиамина и двухосновной кислоты, которые образуют полиамид полиамин, предпочтительно варьируют в диапазоне от 2:1 до 21:20. Когда реакцию проводят при молярном соотношении в 45 указанном диапазоне, полиамид полиамин будет иметь молекулярную массу, обеспечивающую подходящую вязкость, таким образом можно получить хорошую дисперсность. Средневзвешенная молекулярная масса полиамид полиамина обычно варьируется от 500 до 100000, предпочтительно от 1000 до 50000, более предпочтительно

от 1000 до 30000 и особенно предпочтительно от 1000 до 10000.

[0024] В качестве компонента (Б) можно также использовать полиамид полиамина, к которому добавляют алкиленоксид (алкиленоксидный аддукт). В этом случае тип полиамид полиамина, который можно использовать, совпадает с описанным выше.

5 [0025] Алкиленоксид, который используют для полиамин полиамида, к которому добавляют алкиленоксид, соответствует C_{2-4} алкиленоксиду. C_{2-4} алкиленоксид – это этиленоксид, пропиленоксид или бутиленоксид. Можно использовать один тип указанных алкиленоксидов или можно использовать два или более типов в комбинации. Когда добавляют два или более типа алкиленоксидов, можно добавлять либо блоками, 10 либо произвольно.

Полиамид полиамина, к которому добавляют алкиленоксид, можно получать прямым добавлением алкиленоксида к полиамид полиамину или в водном растворе.

Количество алкиленоксида предпочтительно равно от 0 до 8 молей на 1 эквивалент аминоостатков (аминогруппы, иминогруппы и амидной группы) полиамид полиамина.

15 [0026] Компонент (Б) также включает в себя смесь полиамид полиамина и полиамид полиамина, к которому добавляют алкиленоксид.

[0027] Хотя соотношение компонента (А) и компонента (Б) не особенно ограничено, оно предпочтительно равно (А):(Б) = от 1:1 до 30:1 и более предпочтительно от 2:1 до 20:1, по массе.

20 [0028] Хотя механизм, который придает гипсовой суспензии постоянную текучесть при использовании диспергирующей добавки для гипса настоящего изобретения, не известен, предполагается, что компонент (Б) избирательно адсорбирует примеси в необработанных гипсовых материалах, которые замедляют функции диспергирующей 25 добавки. Соответственно, компонент (Б) можно использовать в качестве добавки для гипса вместе с диспергирующими добавками, отличными от компонента (А), такими как сульфонат лигнина, формалин конденсатные соли нафталинсульфоновой кислоты, формалин конденсатные соли меламинсульфоновой кислоты, сульфонат полистирена и водный виниловый сополимер.

30 [0029] При использовании к необработанным гипсовым материалам может быть добавлено обычно от 0,01% масс. до 5% масс. (отношение твердого материала к диспергирующей добавке) диспергирующей добавки для гипса настоящего изобретения. Хотя используют широкий спектр методов для добавления диспергирующей добавки, обычно диспергирующую добавку добавляют в воде для предварительного разбавления и затем замешивают гипс с водой, чтобы приготовить гипсовую суспензию. Компонент 35 (А) и компонент (Б) можно смешать перед добавлением, или каждый из компонентов можно добавить отдельно друг от друга без смешивания. Когда каждый из компонентов добавляют отдельно друг от друга, можно брать любую последовательность добавления.

Гипс включает в себя безводный гипс, полугидрат гипса и дигидрат гипса.

40 Необработанные гипсовые материалы, натуральный гипс или химический гипс, такой как нейтрализованный гипс и вторичный гипс, можно использовать сами по себе или два или более типа могут быть использованы после смешения. Основные примеры химического гипса включают в себя фосфорнокислый гипс, фторогипс, титановый гипс и десульфурированный гипс. Необработанные гипсовые материалы могут содержать переработанный гипс. Переработанный гипс может быть переработанным гипсом, 45 извлеченным из отработанных гипсовых плит, получаемых на производствах гипсовых плит, или переработанным гипсом, полученным при строительстве и выравнивании. Диспергирующая добавка к гипсу настоящего изобретения может быть надлежащим образом использована для любых таких необработанных гипсовых материалов и

показывает отличные эффекты даже для гипса, замешанного при различных соотношениях.

[0030] Примеры добавки, которую используют для гипсовых плит и т.п. в дополнение к диспергирующей добавке для гипса настоящего изобретения, включают в себя универсальную пластифицирующую добавку, пенообразующую добавку, такую как алкилсульфат, алкил(эфир)сульфат и алкилсульфонат, антипенообразующую добавку, стабилизатор пены, добавку, управляющую затвердеванием, добавку для придания водоотталкивающих свойств, адгезив и ингибитор. В дополнение, стекловолокно, углеродное волокно, бумажные отходы, целлюлозу из первичного сырья и т.п. можно добавить в качестве упрочненного волокна, или гипсовые плиты можно приготовить с легким наполнителем, таким как перлит и пеносталь.

Диспергирующую добавку настоящего исследования можно легко применять для гипсового раствора, который используют в верхнем слое краски.

Примеры

[0031] Настоящее изобретение будет объяснено на конкретных примерах; однако настоящее изобретение не ограничивается этими примерами. Если не указано иначе, соотношения при сополимеризации и смешивании основаны на массе.

[0032] (А) Полимер поликарбоновой кислоты

(А) Полимер поликарбоновой кислоты, используемый в этом документе в Примерах, будет объяснен ниже.

<A1> Сополимерный материал из (a1) сложного эфира метакриловой кислоты и монометилового эфира полиэтиленгликоля (46 моль) и (b1) метакриловой кислоты ((a1):(b1)=9:1, средневзвешенная молекулярная масса была 25000).

<A2> Сополимерный материал из (a2) сложного эфира метакриловой кислоты и монометилового эфира полиэтиленгликоля (90 моль), (b1) метакриловой кислоты и (v1) мономера полиамид полиамина ((a2):(b1):(v1)=77:13:10; средневзвешенная молекулярная масса была 44000; описания сополимера в Примере 2 включено в опубликованную японскую патентную заявку No. 2007-320786).

<A3> Сополимерный материал из (a3) 3-метил-3-бутен-1-олового аддукта 50EO2PO и (b2) фумаровой кислоты ((a3):(b2)=8:2, средневзвешенная молекулярная масса была 30000).

[0033] (Б) Производство полиамид полиамина

(Б) полиамид полиамины, использованные в этом документе в Примерах (от Б1 до Б8), были произведены в соответствии с протоколом, описанным ниже.

<Условия проведения измерений молекулярной массы>

Колонка: ОНрасSB-806МНQ, ОНрасSB-804НQ, ОНрасSB-803НQ (произведено фирмой Showa Denko К.К.)

Элюент: 0,5 М уксусная кислота и водный раствор нитрата натрия.

Детектор: дифференциальный рефрактометр.

Стандартная кривая: калибрована по пуллулану.

[0034] Пример синтеза 1

103 г диэтилентриамина поместили в стеклянную колбу, снабженную термометром, трубкой для ввода азота, мешалкой и холодильником с трубкой для измерения воды, и полученную смесь перемешивали в токе азота. При перемешивании добавляли 121 г адипиновой кислоты (молярное соотношение полиалкилен полиамин/двухосновная кислота было 6 моль/5 моль), нагревали до температуры 150°C, и реакцию продолжали в течение пяти часов при той же температуре, в то время как отогнанную воду удаляли. После того, как реакция была завершена, добавляли 138 г ионообменной воды, чтобы

получить 345 г 60 масс. % водного раствора полиамид полиамина (Вещество Б1; средневзвешенная молекулярная масса была 1300).

[0035] Пример синтеза 2

5 Синтез проводили по аналогичному протоколу до завершения реакции амидирования Вещества Б1, после этого добавляли 230 г ионообменной воды и перемешивали 30 минут. Содержимое переносили в устойчивую к давлению стеклянную колбу, снабженную трубкой для ввода азота и трубкой для ввода этиленоксида. После того, как колба была в достаточной степени заполнена азотом, ее нагревали до температуры 60°C. 146 г этиленоксида постепенно продували в колбу, в то время как температуру 10 поддерживали в пределах от 60°C до 70°C, и затем содержимое выдерживали в течение часа при той же температуре, чтобы получить 570 г 60 масс. % водного раствора полиамид полиамина с добавленным полиэтиленоксидом (Вещество Б2; средневзвешенная молекулярная масса была 2000).

[0036] Пример синтеза 3

15 134 г пентаэтиленгексамина поместили в стеклянную колбу, снабженную термометром, трубкой для ввода азота, мешалкой и холодильником с трубкой для измерения воды, и полученную смесь перемешивали в токе азота. При перемешивании добавляли 50 г адипиновой кислоты (молярное соотношение полиалкилен полиамин/двухосновная кислота было 5 моль/3 моль), нагревали до температуры 150°C, и реакцию 20 продолжали в течение пяти часов при той же температуре, в то время как отогнанную воду удаляли. После того, как реакция была завершена, добавляли 115 г ионообменной воды, чтобы получить 288 г 60 масс. % водного раствора полиамид полиамина (Вещество Б3; средневзвешенная молекулярная масса была 1500).

[0037] Пример синтеза 4

25 Синтез проводили по аналогичному протоколу до завершения реакции амидирования Вещества Б3, после этого добавляли 197 г ионообменной воды и перемешивали 30 минут. Содержимое переносили в устойчивую к давлению стеклянную колбу, снабженную трубкой для ввода азота и трубкой для ввода этиленоксида. После того, как колба была в достаточной степени заполнена азотом, ее нагревали до температуры 30 60°C. 122 г этиленоксида постепенно продували в колбу, в то время как температуру поддерживали в пределах от 60°C до 70°C, и затем содержимое выдерживали в течение часа при той же температуре, чтобы получить 504 г 60 масс. % водного раствора полиамид полиамина с добавленным полиэтиленоксидом (Вещество Б4; средневзвешенная молекулярная масса была 1900).

35 [0038] Пример синтеза 5

128 г тетраэтиленпентамина поместили в стеклянную колбу, снабженную термометром, трубкой для ввода азота, мешалкой и холодильником с трубкой для измерения воды, и полученную смесь перемешивали в токе азота. При перемешивании добавляли 89 г адипиновой кислоты (молярное соотношение полиалкилен полиамин/двухосновная кислота было 10 моль/9 моль), нагревали до температуры 150°C, и реакцию 40 продолжали в течение пяти часов при той же температуре, в то время как отогнанную воду удаляли. После того, как реакция была завершена, добавляли 131 г ионообменной воды, чтобы получить 328 г 60 масс. % водного раствора полиамид полиамина (Вещество Б5; средневзвешенная молекулярная масса была 2900).

45 [0039] Пример синтеза 6

Синтез проводили по аналогичному протоколу до завершения реакции амидирования Вещества Б5, после этого добавляли 330 г ионообменной воды и перемешивали 30 минут. Содержимое переносили в устойчивую к давлению стеклянную колбу,

снабженную трубкой для ввода азота и трубкой для ввода этиленоксида. После того, как колба была в достаточной степени заполнена азотом, ее нагревали до температуры 60°C. 300 г этиленоксида постепенно продували в колбу, в то время как температуру поддерживали в пределах от 60°C до 70°C, и затем содержимое выдерживали в течение часа при той же температуре, чтобы получить 850 г 60 масс. % водного раствора полиамид полиамина с добавленным полиэтиленоксидом (Вещество Б6; средневзвешенная молекулярная масса была 4800).

[0040] Пример синтеза 7

199 г полиалкилен полиамина (произведено фирмой Tosoh Corporation, название продукта: Poly-8) поместили в стеклянную колбу, снабженную термометром, трубкой для ввода азота, мешалкой и холодильником с трубкой для измерения воды, и полученную смесь перемешивали в токе азота. При перемешивании добавляли 68 г адипиновой кислоты (молярное соотношение полиалкилен полиамин/ двухосновная кислота было 4 моль/3 моль), нагревали до температуры 150°C, и реакцию продолжали в течение пяти часов при той же температуре, в то время как отогнанную воду удаляли. После того, как реакция была завершена, добавляли 125 г ионообменной воды, чтобы получить 412 г 60 масс. % водного раствора полиамид полиамина (Вещество Б7; средневзвешенная молекулярная масса была 2200).

[0041] Пример синтеза 8

Синтез проводили по аналогичному протоколу до завершения реакции амидирования Вещества Б7, после этого добавляли 290 г ионообменной воды и перемешивали 30 минут. Содержимое переносили в устойчивую к давлению стеклянную колбу, снабженную трубкой для ввода азота и трубкой для ввода этиленоксида. После того, как колба была в достаточной степени заполнена азотом, ее нагревали до температуры 60°C. 180 г этиленоксида постепенно продували в колбу, в то время как температуру поддерживали в пределах от 60°C до 70°C, и затем содержимое выдерживали в течение часа при той же температуре, чтобы получить 716 г 60 масс. % водного раствора полиамид полиамина с добавленным полиэтиленоксидом (Вещество Б8; средневзвешенная молекулярная масса была 2500).

[0042] Составы необработанных гипсовых материалов, используемых в эксплуатационном испытании, показаны в Таблице 1.

Диспергирующие добавки для гипса в Примерах от 1 до 51 и Сравнительных Примерах от 1 до 3 были приготовлены при структурных соотношениях, показанных в Таблице 2, и дисперсность гипса и задержка затвердевания гипса были протестированы по методу, описанному ниже.

[0043]

Таблица 1			
Соотношения смешивания прокаленного гипса (масс. %)			
№	Природный	Десульфурированный	Другой вторичный (содержащий переработанный гипс)
1	55	25	20
2	45	30	25
3	35	30	35
4	25	30	45
5	25	40	35

В качестве прокаленного гипса No.6 использовали коммерчески доступный Cherry Mark прокаленный гипс степени А, произведенный фирмой YOSHINO GYPSUM Co., Ltd.

[0044] Эксплуатационное испытание

<Дисперсность гипса>

Компонент (А) и компонент (Б) смешивали при каждом соотношении смешивания (массовые соотношения), как показано в Таблице 2 (Таблицы 2-1 и 2-2), чтобы приготовить диспергирующие добавки для гипса из Примеров от 1 до 51 и Сравнительных Примеров от 1 до 3, как указано далее: 0,18 г каждой диспергирующей добавки взвесили на основании доли твердого вещества (к гипсу, 0,06 масс. %), к ним добавили воду в качестве пластификатора так, что общее количество отрегулировали до 195 г. К этой смеси добавляли 300 г прокаленного гипса с соотношением смешивания, указанным в Таблице 1, или коммерческого прокаленного гипса (№. 6) (соотношение 65% вода/гипс), и полученную смесь перемешивали в маленькой соковыжималке/блендере в течение 10 секунд.

В центре уретановой плиты (35 см × 35 см) заранее приготовили полый цилиндр с верхним внутренним диаметром 75 мм, нижним внутренним диаметром 85 мм и высотой 40 мм, и перемешанную гипсовую суспензию сразу же вылили в контейнер (полый цилиндр) до заполнения контейнера. После этого полый цилиндр поднимали в направлении, перпендикулярном уретановой плите, и измеряли распространение гипсовой суспензии. Измеряли первый диаметр, отображающий максимальное распространение, и второй диаметр, перпендикулярный первому диаметру, и их среднее значение оценивали как критерий дисперсности.

Полученные результаты (средние величины диаметров) показаны в Таблице 2 (Таблицы 2-1 и 2-2).

[0045] <Задержка затвердевания гипса>

По аналогии с испытанием по дисперсности, 0,18 г каждой диспергирующей добавки для гипса в Примерах от 1 до 51 и Сравнительных Примерах от 1 до 3 аккуратно взвесили на основании доли твердого вещества (к гипсу, 0,06 масс. %), к ним добавили воду в качестве пластификатора так, что общее количество отрегулировали до 195 г. К этой смеси добавляли 300 г прокаленного гипса с соотношением смешивания, указанным в Таблице 1, или коммерческого прокаленного гипса (№. 6) (соотношение 65% вода/гипс), и полученную смесь перемешивали в маленькой соковыжималке/блендере в течение 10 секунд.

После перемешивания полученную гипсовую суспензию сразу же перенесли в бумажный стакан и туда поместили цифровой термометр для того, чтобы каждые 10 секунд измерять температуру, соответствующую теплоте экзотермической реакции, происходящей в результате затвердевания гипса. Время, затраченное для достижения максимальной температуры, определяли как время для максимальной температуры и использовали в качестве критерия для оценки задержки затвердевания.

Полученные результаты (время для максимальных температур) показаны в Таблице 2 (Таблицы 2-1 и 2-2).

40

45

Таблица 2-1

Результаты анализа дисперсности и способности к затвердеванию

Пример №	А	Б	А:Б*1	Дисперсность (мм) *2						Способность к затвердеванию *2								
				1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6			
1			1:1	174	175	176	177	177	177	177	177	14'40"	14'50"	14'30"	14'20"	14'30"	14'30"	28'10"
2		Б1	5:1	180	184	186	191	191	191	193	193	14'20"	14'10"	13'40"	13'10"	13'40"	13'40"	28'00"
3			10:1	176	179	182	188	191	194	194	194	14'20"	14'20"	14'00"	13'50"	14'10"	14'10"	28'10"
4			30:1	179	182	186	192	192	198	198	198	15'20"	15'20"	14'50"	14'30"	15'00"	15'00"	28'30"
5			1:1	174	174	177	179	176	176	178	178	14'40"	14'10"	14'20"	14'00"	14'20"	14'20"	28'00"
6		Б2	5:1	183	188	191	195	189	195	195	195	14'20"	13'50"	13'30"	13'00"	13'40"	13'40"	28'10"
7			10:1	180	183	186	190	189	194	194	194	14'10"	13'30"	13'40"	13'20"	13'30"	13'30"	27'40"
8			30:1	184	187	190	197	194	198	198	198	15'30"	14'50"	14'40"	14'20"	14'30"	14'30"	28'20"
9			1:1	176	178	180	181	180	180	180	180	14'40"	14'40"	14'30"	14'00"	14'10"	14'10"	28'00"
10			5:1	182	185	189	194	189	196	196	196	14'40"	14'30"	14'10"	13'40"	14'00"	14'00"	27'50"
11		Б3	10:1	181	184	193	197	193	197	197	197	14'20"	14'00"	13'30"	13'20"	13'50"	13'50"	27'50"
12			30:1	182	186	190	196	195	198	198	198	15'50"	15'30"	15'30"	14'40"	14'50"	14'50"	28'10"
13		А1	1:1	177	179	180	181	181	181	182	182	14'10"	14'00"	13'40"	13'10"	13'30"	13'30"	27'50"
14			5:1	182	186	192	194	194	194	196	196	14'20"	14'00"	13'30"	13'20"	13'40"	13'40"	27'40"
15		Б4	10:1	181	189	190	194	192	198	198	198	14'30"	13'40"	13'30"	13'00"	13'10"	13'10"	28'00"
16			30:1	183	188	195	199	198	200	200	200	15'20"	14'50"	14'40"	14'10"	14'20"	14'20"	28'20"
17			1:1	177	181	182	183	183	185	185	185	14'40"	14'20"	14'20"	14'00"	13'50"	13'50"	27'40"
18		Б5	5:1	179	183	187	194	192	195	195	195	14'30"	14'10"	14'10"	13'30"	13'50"	13'50"	28'00"
19			10:1	180	186	191	195	193	197	197	197	14'30"	14'00"	13'40"	13'30"	13'10"	13'10"	28'10"
20			30:1	181	185	189	193	194	199	199	199	15'30"	15'00"	14'30"	14'00"	14'50"	14'50"	28'10"
21			1:1	177	179	182	183	180	182	182	182	14'20"	14'10"	14'00"	13'30"	13'40"	13'40"	27'40"
22		Б6	5:1	178	188	190	195	196	196	196	196	14'00"	13'50"	13'30"	13'10"	13'20"	13'20"	27'30"
23			10:1	180	188	193	197	195	199	199	199	14'10"	13'40"	13'30"	13'20"	13'50"	13'50"	28'20"
24			30:1	179	184	190	195	194	198	198	198	15'00"	14'40"	14'20"	14'00"	14'20"	14'20"	28'30"

*1 Массовое соотношение

*2 Номера от 1 до 6 в колонках Дисперсность и Способность к затвердеванию относятся к номеру использованного прокаленного гипса (см. Таблицу 1 и т.п.)

Таблица 2-2

Результаты анализа дисперсности и способности к затвердеванию

Пример No	A	Б	А:Б*1	Дисперсность (мм) *2						Способность к затвердеванию *2							
				1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6		
25			1:1	175	177	176	179	178	179	179	1450"	1430"	1420"	1400"	1400"	1440"	2730"
26			5:1	178	187	188	192	190	192	1450"	1430"	1400"	1400"	1340"	1410"	2740"	
27		Б7	10:1	182	186	189	195	193	196	1440"	1450"	1420"	1420"	1350"	1350"	2750"	
28			30:1	181	184	185	194	192	198	1500"	1500"	1450"	1420"	1430"	1430"	2820"	
29	А1		1:1	177	178	182	183	181	183	1450"	1420"	1410"	1410"	1330"	1400"	2730"	
30			5:1	184	186	189	193	193	196	1420"	1400"	1400"	1320"	1400"	1400"	2720"	
31		Б8	10:1	181	183	188	192	192	196	1400"	1340"	1400"	1340"	1430"	1430"	2740"	
32			30:1	180	182	185	190	194	198	1520"	1500"	1500"	1420"	1430"	1430"	2800"	
33		Б1		190	196	201	205	200	209	1410"	1350"	1330"	1320"	1320"	1320"	2700"	
34		Б2		192	199	203	207	205	213	1420"	1400"	1400"	1340"	1350"	1350"	2630"	
35		Б3		189	200	201	205	206	210	1420"	1400"	1340"	1340"	1330"	1330"	2650"	
36	А2	Б4		190	200	203	207	205	211	1400"	1350"	1340"	1340"	1320"	1320"	2650"	
37		Б5		190	198	204	210	205	213	1400"	1340"	1330"	1330"	1340"	1340"	2630"	
38		Б6		188	196	203	207	204	212	1350"	1340"	1330"	1320"	1340"	1340"	2620"	
39		Б7		187	193	193	199	198	208	1420"	1410"	1400"	1340"	1350"	1350"	2650"	
40		Б8		188	191	194	196	200	209	1400"	1330"	1330"	1310"	1330"	1330"	2640"	
44		Б1	5:1	185	191	196	198	195	200	1500"	1440"	1430"	1400"	1420"	1420"	2830"	
45		Б2		191	192	198	199	197	203	1500"	1420"	1400"	1340"	1350"	1350"	2820"	
46		Б3		188	189	195	196	197	201	1520"	1500"	1440"	1420"	1430"	1430"	2800"	
47		Б4		190	192	196	199	198	202	1450"	1450"	1420"	1400"	1420"	1420"	2800"	
48	А3	Б5		192	195	198	198	196	203	1450"	1420"	1400"	1330"	1340"	1340"	2740"	
49		Б6		190	197	198	203	200	205	1450"	1430"	1340"	1320"	1320"	1320"	2730"	
50		Б7		188	192	195	200	198	200	1500"	1500"	1440"	1430"	1430"	1430"	2750"	
51		Б8		192	195	198	202	201	203	1450"	1440"	1420"	1430"	1450"	1450"	2740"	
Сравнительный пример 1	А1	-	-	135	138	143	147	145	200	1640"	1630"	1620"	1550"	1600"	1600"	2830"	
Сравнительный пример 2	А2	-	-	145	148	153	155	157	215	1530"	1510"	1500"	1500"	1510"	1510"	2730"	
Сравнительный пример 3	А3	-	-	150	152	156	157	156	208	1630"	1630"	1600"	1600"	1540"	1550"	2850"	

*1 Массовое соотношение

*2 Номера от 1 до 6 в колонках Дисперсность и Способность к затвердеванию относятся к номеру использованного прокаленного гипса (см. Таблицу 1 и т.п.)

[0048] Как показано в Таблице 2 (Таблицы 2-1 и 2-2), гипсовая суспензия, к которой добавляли каждую диспергирующую добавку для гипса из Примеров от 1 до 51, показала отличную дисперсность и уменьшенную задержку затвердевания, даже когда используемые необработанные гипсовые материалы отличались друг от друга по качеству. С другой стороны, хотя некоторые из диспергирующих добавок для гипса в Сравнительных Примерах от 1 до 3, не содержащих полиамид полиамина, показали результаты сопоставимые с результатами Примеров, в которых использовали коммерчески доступный прокаленный гипс No. 6, дисперсность и задержка затвердевания были хуже по сравнению с примерами, использующими прокаленный гипс No. 1 и No. 5, которые отображают фактически существующее смешивание гипса, которое

выполняют на фабриках по производству гипсовых плит.

(57) Формула изобретения

Диспергирующая добавка для гипса, отличающаяся тем, что она содержит:

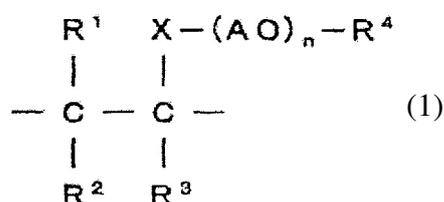
(А) полимер поликарбоновой кислоты; и

(Б) полиамид полиамина, полученный по реакции полиалкилен полиамина и двухосновной кислоты в качестве необходимых компонентов и/или алкиленоксидного аддукта полиамид полиамина,

в которой соотношение компонента (А) и компонента (Б) равно (А):(Б) = от 1:1 до 30:1, по массе,

в которой (А) полимер поликарбоновой кислоты включает структурный элемент, полученный из (а) ненасыщенного мономера полиалкиленгликоля, и структурный элемент, полученный из (б) мономера ненасыщенной карбоновой кислоты,

где структурный элемент, полученный из (а) ненасыщенного мономера полиалкиленгликоля, представляют общей Формулой (1):



где каждый из R^1 , R^2 , R^3 и R^4 обозначает независимо друг от друга атом водорода или C_{1-22} углеводородную группу, X обозначает $-COO-$, АО обозначает C_{2-4} алкиленокси-группу, и n обозначает количество молей добавленных алкиленокси-групп и равно целому числу от 1 до 200.