



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103011665 A

(43) 申请公布日 2013.04.03

(21) 申请号 201210529038.9

C04B 103/30(2006.01)

(22) 申请日 2012.12.11

(71) 申请人 江苏尼高科技有限公司

地址 213141 江苏省常州市武进区邹区镇卜
弋工业集中区尼高路1号

申请人 常州市建筑科学研究院股份有限公
司

(72) 发明人 王文军 蒋长清 王道正 佟小强
吴益 李宝川

(74) 专利代理机构 苏州广正知识产权代理有限
公司 32234

代理人 刘述生

(51) Int. Cl.

C04B 24/22(2006.01)

权利要求书 2 页 说明书 4 页

(54) 发明名称

脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺,包括如下步骤:先制备脂肪族减水剂,并将制备得到的脂肪族减水剂降温至室温,备用;然后制备萘系减水剂,先磺化,再经水解、缩合,缩合反应后加水稀释,并降温至室温,备用;将制得的脂肪族减水剂加入中和罐,再将制得的稀释后的萘系减水剂逐渐加入中和罐中进行中和反应,并控制中和罐中的混合料温度 $\leq 80^{\circ}\text{C}$,调节混合料pH值为8-10,即可。本发明整个过程中节省了萘系减水剂中和所要求的液碱,明显地降低了成本;降低了脂肪族减水剂中的碱含量,提高了水泥的适应性;低温下不容易结晶有利于生产;本发明对设备的要求比较少,对原有设备稍加改动就能操作此工艺。

1. 一种脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 先在第一反应装置内制备脂肪族减水剂,并将制备得到的脂肪族减水剂降温至室温,备用;

(2) 然后在第二反应装置内制备萘系减水剂,先磺化,再经水解、缩合,缩合反应后加水稀释得未中和的萘磺酸甲醛缩合料,并降温至室温,备用;

(3) 将制得的脂肪族减水剂加入中和罐,再将制得的未中和的萘磺酸甲醛缩合料逐渐加入中和罐中进行中和反应,并控制中和罐中的混合料温度 $\leq 80^{\circ}\text{C}$,调节混合料PH值为8-10,即制得萘系脂肪族减水剂化学复配料。

2. 根据权利要求1所述的脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺,其特征在于,所述脂肪族减水剂的制备过程为:在第一反应装置中加入水、亚硫酸盐和丙酮,升温并且搅拌;然后滴加甲醛溶液,控制滴加时间和温度;甲醛溶液滴加完后升温并保温,最后降温至 $40-50^{\circ}\text{C}$,即得脂肪族减水剂。

3. 根据权利要求2所述的脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺,其特征在于,所述脂肪族减水剂的制备过程为:在第一反应装置中加入水、亚硫酸盐和丙酮,升温至 $35-55^{\circ}\text{C}$,并且搅拌0.2-0.5 h;然后滴加甲醛溶液,控制滴加时间在1-3 h,控制温度 $\leq 75^{\circ}\text{C}$;甲醛溶液滴加完后升温至 $85-100^{\circ}\text{C}$ 保温1-4 h,最后降温至 $40-50^{\circ}\text{C}$,即得脂肪族减水剂。

4. 根据权利要求1所述的脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺,其特征在于,所述萘系减水剂的制备过程为:预热第二反应装置后加入工业萘,加热并搅拌均匀,然后滴加浓硫酸,控制滴加时间和温度,滴完后温度控制在 $160-170^{\circ}\text{C}$ 保温1.5-3 h进行磺化反应;磺化反应结束后降温加水,并进行水解;水解结束后滴加甲醛,控制滴加时间和温度,滴完后升温并保温进行缩合反应;缩合反应后加水稀释,并调节温度至室温,得到浓度20-23wt%的萘系减水剂。

5. 根据权利要求4所述的脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺,其特征在于,所述萘系减水剂的制备过程为:预热第二反应装置至 $80-100^{\circ}\text{C}$,加入工业萘,加热至 $125-135^{\circ}\text{C}$ 并搅拌均匀,然后滴加浓硫酸,控制滴加时间为0.5-2 h,控制温度 $\leq 165^{\circ}\text{C}$,滴完后温度控制在 $160-170^{\circ}\text{C}$ 保温1.5-3 h进行磺化反应;磺化反应结束后加水至酸度25-28%,并降温至 $100-120^{\circ}\text{C}$,水解0.5-1 h;水解结束后滴加甲醛,1-2 h滴完,控制温度 $\leq 100^{\circ}\text{C}$,滴完后升温至 $100-110^{\circ}\text{C}$,并保温5-6 h进行缩合反应;缩合反应后加水稀释,并调节温度至室温,得到浓度20-23wt%的萘磺酸甲醛缩合料。

6. 根据权利要求1所述的脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺,其特征在于,步骤(3)所述中和反应的反应时间为1-1.5 h。

7. 根据权利要求1-4所述的脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺,其特征在于,所述化学复配工艺的具体步骤为:

(1) 先制备脂肪族减水剂:在第一反应装置中依次加入水2.0-2.5吨、亚硫酸盐0.6-0.8吨、丙酮0.45-0.55吨,然后升温至 $35-55^{\circ}\text{C}$,并且搅拌0.2-0.5 h;然后开始滴加甲醛溶液1.35-1.55吨,控制滴加时间在1-3 h,控制温度 $\leq 75^{\circ}\text{C}$;甲醛溶液滴加完后升温至 $85-100^{\circ}\text{C}$ 保温1-4 h,最后降温至 $40-50^{\circ}\text{C}$,即得脂肪族减水剂,并将制备得到的脂肪族减水剂降温至室温,备用;

(2) 然后制备萘系减水剂:预热第二反应装置至 80-100℃,加入工业萘 1.4-1.6 吨,加热至 125-135℃并搅拌均匀,然后滴加浓硫酸 1.6-1.8 吨,控制滴加时间为 0.5-2 h,控制温度 \leq 165℃,滴完后温度控制在 160-170℃保温 1.5-3 h 进行磺化反应;磺化反应结束后加入水 0.5-1.5 吨,调节酸度至 25-28%,并降温至 100-120℃,水解 0.5-1 h;水解结束后滴加甲醛 0.6-1.0 吨,1-2 h 滴完,控制温度 \leq 100℃,滴完后升温至 100-110℃,保温 5-6 h 进行缩合反应;缩合反应后加水稀释,并降温至室温,得到浓度 20-23wt % 的萘磺酸甲醛缩合料,备用;

(3) 将制得的脂肪族减水剂加入中和罐,再将制得的稀释后的萘磺酸甲醛缩合料逐渐加入中和罐中进行中和反应,并控制中和罐中的混合料温度 \leq 80℃,中和反应 1-1.5 h 后调节混合料 PH 值为 8-10,即制得萘系脂肪族减水剂化学复配料。

脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及减水剂领域,特别是涉及一种脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺。

背景技术

[0002] 混凝土减水剂经过几十年的发展,按时间跨度大致分为一木质素磺酸盐为代表的第一代混凝土减水剂、以萘系、脂肪族为代表的第二代混凝土减水剂以及近年来以聚羧酸盐为代表的第三代混凝土减水剂。从目前的市场情况来看,第一代减水剂由于减水率偏低、适应性较差已经开始逐步退出市场。第三代减水剂性能较优异,但由于材料要求高、成本较高,市场推广受限,只是在少部分地区以及国家重大工程中应用比例较高。从整个市场来看第二代减水剂在整个市场中占得比例最高,从近两年的的统计数据来看,占到 60% 以上,具有很大的市场覆盖面。

[0003] 目前国内减水剂主要以萘系减水剂为主,萘系减水剂是一种萘磺酸甲醛缩合物的化学合成产品。以工业萘、硫酸、甲醛、烧碱为原料。其主要成分是萘磺酸甲醛缩合物,它是由萘用浓硫酸磺化得到 β -萘磺酸,然后与甲醛缩合,再用苛性钠中和就得到萘磺酸钠甲醛缩合物。它具有优越的应用性能,对水泥有强烈的分散作用,具有减水率高、引气量低、基本不影响混凝土的凝结时间和能够增加混凝土早期、后期强度的特点。但是它存在着硫酸钠含量高,冬季有结晶沉淀的现象。

[0004] 脂肪族减水剂是上世纪 80 年代发展起来的一种新型减水剂,它是以丙酮、甲醛、焦亚硫酸钠、亚硫酸钠等为主要原料,经过磺化、缩合而制得的阴离子高分子表面活性剂。它具有以下特点:减水率高;含气量低,有利于制备高强、高性能混凝土;冬季无结晶沉淀现象,可以方便地复配成防冻剂、泵送剂;原料来源广泛。但是脂肪族减水剂碱含量过高,容易引起碱骨料反应。

发明内容

[0005] 本发明主要解决的技术问题是提供一种脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺,经过化学复配后既能够解决萘系减水剂在低温下容易结晶问题,又能够降低脂肪族减水剂中的碱含量,还节省了萘系减水剂中和所要求的液碱,明显地降低了生产成本。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明采用的一个技术方案是:提供一种脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺,包括如下步骤:

(1) 先在第一反应装置内制备脂肪族减水剂,并将制备得到的脂肪族减水剂降温至室温,备用;

(2) 然后在第二反应装置内制备萘系减水剂,先磺化,再经水解、缩合,缩合反应后加水加水稀释,并降温至室温,备用;

(3) 将制得的脂肪族减水剂加入中和罐,再将制得的稀释后的萘系减水剂逐渐加入中和罐中进行中和反应,并控制中和罐中的混合料温度 $\leq 80^{\circ}\text{C}$,调节混合料 PH 值为 8-10,即

制得萘系脂肪族减水剂化学复配料。

[0007] 在本发明一个较佳实施例中,所述脂肪族减水剂的制备过程为:在第一反应装置中加入水、亚硫酸盐和丙酮,升温并且搅拌;然后滴加甲醛溶液,控制滴加时间和温度;甲醛溶液滴加完后升温并保温,最后降温至 40-50℃,即得脂肪族减水剂。

[0008] 在本发明一个较佳实施例中,所述脂肪族减水剂的制备过程为:在第一反应装置中加入水、亚硫酸盐和丙酮,升温至 35-55℃,并且搅拌 0.2-0.5 h;然后滴加甲醛溶液,控制滴加时间在 1-3 h,控制温度 \leq 75℃;甲醛溶液滴加完后升温至 85-100℃保温 1-4 h,最后降温至 40-50℃,即得脂肪族减水剂。

[0009] 在本发明一个较佳实施例中,所述萘系减水剂的制备过程为:预热第二反应装置后加入工业萘,加热并搅拌均匀,然后滴加浓硫酸,控制滴加时间和温度,滴完后温度控制在 160-170℃保温 1.5-3 h 进行磺化反应;磺化反应结束后加水,并降温进行水解;水解结束后滴加甲醛,控制滴加时间和温度,滴完后升温并保温进行缩合反应;缩合反应后加水稀释,并调节温度至室温,得到浓度 20-23wt % 的萘磺酸甲醛缩合料。

[0010] 在本发明一个较佳实施例中,所述萘系减水剂的制备过程为:预热第二反应装置至 80-100℃,加入工业萘,加热至 125-135℃并搅拌均匀,然后滴加浓硫酸,控制滴加时间为 0.5-2 h,控制温度 \leq 165℃,滴完后温度控制在 160-170℃保温 1.5-3 h 进行磺化反应;磺化反应结束后加水至酸度 25-28%,并降温至 100-120℃,水解 0.5-1 h;水解结束后滴加甲醛,1-2 h 滴完,控制温度 \leq 100℃,滴完后升温至 100-110℃,并保温 5-6 h 进行缩合反应;缩合反应后加水稀释,并调节温度至室温,得到浓度 20-23wt % 的萘磺酸甲醛缩合料。

[0011] 在本发明一个较佳实施例中,步骤(3)所述中和反应的反应时间为 1-1.5 h。

[0012] 在本发明一个较佳实施例中,所述化学复配工艺的具体步骤为:(1)先制备脂肪族减水剂:在第一反应装置中依次加入水 2.0-2.5 吨、亚硫酸盐 0.6-0.8 吨、丙酮 0.45-0.55 吨,然后升温至 35-55℃,并且搅拌 0.2-0.5 h;然后开始滴加甲醛溶液 1.35-1.55 吨,控制滴加时间在 1-3 h,控制温度 \leq 75℃;甲醛溶液滴加完后升温至 85-100℃保温 1-4 h,最后降温至 40-50℃,即得脂肪族减水剂,并将制备得到的脂肪族减水剂降温至室温,备用;

(2)然后制备萘系减水剂:预热第二反应装置至 80-100℃,加入工业萘 1.4-1.6 吨,加热至 125-135℃并搅拌均匀,然后滴加浓硫酸 1.6-1.8 吨,控制滴加时间为 0.5-2 h,控制温度 \leq 165℃,滴完后温度控制在 160-170℃保温 1.5-3 h 进行磺化反应;磺化反应结束后加入水 0.5-1.5 吨,调节酸度至 25-28%,并降温至 100-120℃,水解 0.5-1 h;水解结束后滴加甲醛 0.6-1.0 吨,1-2 h 滴完,控制温度 \leq 100℃,滴完后升温至 100-110℃,保温 5-6 h 进行缩合反应;缩合反应后加水稀释,并降温至室温,得到浓度 20-23wt % 的萘系减水剂,备用;

(3)将制得的脂肪族减水剂加入中和罐,再将制得的稀释后的萘系减水剂逐渐加入中和罐中进行中和反应,并控制中和罐中的混合料温度 \leq 80℃,中和反应 1-1.5 h 后调节混合料 PH 值为 8-10,即制得萘系脂肪族减水剂化学复配料。

[0013] 本发明的有益效果是:

- 1、本发明整个过程中节省了萘系减水剂中和所要求的液碱,明显地降低了成本;
- 2、本发明经过化学复配后,降低了脂肪族减水剂中的碱含量,提高了水泥的适应性;
- 3、本发明经过化学复配后,低温下不容易结晶有利于生产;
- 4、本发明对设备的要求比较少,对原有设备稍加改动就能操作此工艺。

具体实施方式

[0014] 下面对本发明的较佳实施例进行详细阐述,以使本发明的优点和特征能更易于被本领域技术人员理解,从而对本发明的保护范围做出更为清楚明确的界定。

[0015] 实施例 1

一种脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺,具体步骤如下:

(1)先制备脂肪族减水剂:在第一反应装置中依次加入水 2.5 吨、无水亚硫酸钠 0.7 吨、丙酮 0.53 吨,然后升温至 40℃,并且搅拌 0.5 h;然后开始滴加 37% 甲醛溶液 1.45 吨,控制滴加时间在 1.5 h,控制温度 $\leq 75^{\circ}\text{C}$;甲醛溶液滴加完后升温至 85℃保温 2 h,最后降温至 40℃,即得脂肪族减水剂,并将制备得到的脂肪族减水剂降温至室温,备用;

(2)然后制备萘系减水剂:预热第二反应装置至 80℃,加入 1.5 吨工业萘,加热至 130℃并搅拌均匀,然后滴加浓硫酸 1.7 吨,控制滴加时间为 1.5 h,控制温度 $\leq 165^{\circ}\text{C}$,滴完后温度控制在 165℃保温 3 h 进行磺化反应;磺化反应结束后加入水 1.0 吨,调节酸度至 28%,并降温至 100℃,水解 0.5 h;水解结束后滴加甲醛 0.8 吨,1.5 h 滴完,控制温度 $\leq 100^{\circ}\text{C}$,滴完后升温至 100℃,保温 5 h 进行缩合反应;缩合反应后加水稀释,并降温至室温,得到浓度 23 wt % 的萘磺酸甲醛缩合料,备用;

(3)将制得的脂肪族减水剂 33 吨加入中和罐,再将浓度 23 wt % 的萘磺酸甲醛缩合料 10 吨逐渐加入中和罐中进行中和反应,并控制中和罐中的混合料温度 $\leq 80^{\circ}\text{C}$,中和反应 1 h 后调节混合料 PH 值为 8,即制得萘系脂肪族减水剂化学复配料。

[0016] 实施例 2

一种脂肪族减水剂与萘系减水剂化学复配工艺,具体步骤如下:

(1)先制备脂肪族减水剂:在第一反应装置中依次加入水 2.0 吨、偏重亚硫酸钠 0.6 吨、质量浓度为 32% 的液碱 0.6 吨、丙酮 0.53 吨,然后升温至 55℃,并且搅拌 0.2 h;然后开始滴加 37% 甲醛溶液 1.45 吨,控制滴加时间在 3 h,控制温度 $\leq 75^{\circ}\text{C}$;甲醛溶液滴加完后升温至 90℃保温 1 h,最后降温至 50℃,即得脂肪族减水剂,并将制备得到的脂肪族减水剂降温至室温,备用;

(2)然后制备萘系减水剂:预热第二反应装置至 80℃,加入 1.5 吨工业萘,加热至 135℃并搅拌均匀,然后滴加浓硫酸 1.7 吨,控制滴加时间为 2 h,控制温度 $\leq 165^{\circ}\text{C}$,滴完后温度控制在 160℃保温 2 h 进行磺化反应;磺化反应结束后加入水 1.0 吨,调节酸度至 26%,并降温至 110℃,水解 1 h;水解结束后滴加甲醛 0.8 吨,1 h 滴完,控制温度 $\leq 100^{\circ}\text{C}$,滴完后升温至 105℃,保温 6 h 进行缩合反应;缩合反应后加水稀释,并降温至室温,得到浓度 23% 的萘磺酸甲醛缩合料,备用;

(3)将制得的脂肪族减水剂 33 吨加入中和罐,再将浓度 23% 的萘磺酸甲醛缩合料 10 吨逐渐加入中和罐中进行中和反应,并控制中和罐中的混合料温度 $\leq 80^{\circ}\text{C}$,中和反应 1.5 h 后调节混合料 PH 值为 9,即制得萘系脂肪族减水剂化学复配料。

[0017] 本发明整个过程中节省了萘系减水剂中和所要求的液碱,明显地降低了成本;本发明经过化学复配后,降低了脂肪族减水剂中的碱含量,提高了水泥的适应性;本发明经过化学复配后,低温下不容易结晶有利于生产;本发明对设备的要求比较少,对原有设备稍加改动就能操作此工艺。

[0018] 以上所述仅为本发明的实施例,并非因此限制本发明的专利范围,凡是利用本发明说明书所作的等效结构或等效流程变换,或直接或间接运用在其他相关的技术领域,均同理包括在本发明的专利保护范围内。