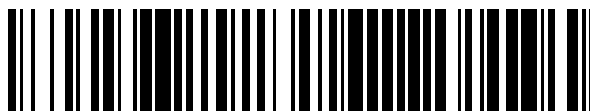


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 461 267**

51 Int. Cl.:

C08F 30/02 (2006.01)

C07F 9/113 (2006.01)

C08F 2/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.12.2006 E 06843707 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.02.2014 EP 1972643**

54 Título: **Procedimiento de producción de polímero de fosfato**

30 Prioridad:

13.01.2006 JP 2006005854

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

19.05.2014

73 Titular/es:

**KAO CORPORATION (100.0%)
14-10, NIHONBASHI-KAYABACHO, 1-CHOME
CHUO-KU, TOKYO 103-8210, JP**

72 Inventor/es:

KUBO, MAKOTO

74 Agente/Representante:

FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás

ES 2 461 267 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de producción de polímero de fosfato.

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de un polímero de fosfato y también a un polímero de fosfato obtenido por el procedimiento de producción.

10 Antecedentes de la invención

Los fosfatos tales como monofosfatos y difosfatos se usan en diferentes campos como los tensioactivos, materiales ligantes de metales y agentes antiestáticos para fibras. Estos fosfatos son producidos industrialmente por una reacción de condensación entre anhídridos de ácido fosfórico tales como pentóxido de fósforo, ácido fosfórico o polifosfórico, y compuestos hidroxílicos orgánicos en general. Mediante esta reacción, se producen un monofosfato, difosfato, trifosfato, pirofosfato y similares, en la que las relaciones de estos ésteres difieren dependiendo de la relación de anhídridos de ácido fosfórico tales como pentóxido de fósforo, ácido fosfórico o ácido polifosfórico y los compuestos hidroxílicos orgánicos que se van a cargar. Además, entre los fosfatos, los fosfatos polimerizables que tienen, por ejemplo, un grupo metacrililo y similares, son superiores en las características de polimerización y por lo tanto se pueden usar de forma convencional para agentes de tratamiento de fibras, pinturas, materiales dentales y similares (documento JP-A 11-80175).

También, el documento JP-A 2006-052381 describe un polímero de fosfato, que se obtiene por copolimerización de un monómero específico 1 que tiene un grupo polioxialquileo, un monómero de tipo monofosfato 2 y un monómero de tipo difosfato 3, a un pH controlado de 7 o menos y es preferible como un dispersante de composición hidráulica. También, el documento JP-A 2003-146992 describe un procedimiento de producción de un polímero de fosfato usando un agente fosfatante específico.

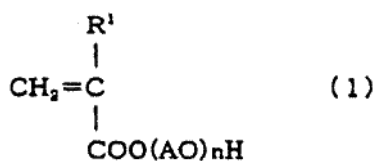
Resumen de la invención

30

La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de un polímero de fosfato, que incluye las siguientes etapas (I) y (II):

Etapa (I): una etapa que incluye añadir un agente fosfatante (2) y un inhibidor de polimerización a un sistema de reacción que contiene un compuesto hidroxílico orgánico (1) representado por la siguiente fórmula (1), para hacer reaccionar el compuesto hidroxílico orgánico (1) con el agente fosfatante (2), y producir un fosfato polimerizable, en la que el compuesto hidroxílico orgánico (1) y el agente fosfatante (2) se usan en condiciones tales que el valor de la siguiente ecuación (I) es de 2,0 a 4,0, y el sistema de reacción se mantiene a una temperatura de 40 °C a 75 °C desde el inicio de la adición del agente fosfatante (2) hasta terminar la adición del agente fosfatante (2):

40



en el que, R¹ representa un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, A representa un grupo alquileo que tiene de 2 a 12 átomos de carbono y n indica un número de 0,1 a 20 de media;

45

$$\frac{\left(\begin{array}{l} \text{El número de moles de agua que} \\ \text{contiene } n(\text{H}_2\text{O}), \text{ incluidos en el} \\ \text{agente fosfatante representado} \\ \text{por } \text{P}_2\text{O}_5 \cdot n(\text{H}_2\text{O}) \end{array} \right) + \left(\begin{array}{l} \text{El número de moles de un} \\ \text{compuesto hidroxílico o orgánico} \end{array} \right)}{\left(\begin{array}{l} \text{el número de moles del agente fosfatante basado en } \text{P}_2\text{O}_5 \\ \text{(I)} \end{array} \right)}$$

Etapa (II): se calienta la composición de fosfato polimerizable que se obtiene en la etapa (I) y contiene el fosfato polimerizable y el inhibidor de polimerización de 40 °C a 100 °C, y se añade la composición calentada a un sistema de reacción para polimerizar el fosfato polimerizable o copolimerizar el fosfato polimerizable con un monómero copolimerizable con el fosfato polimerizable, y así se produce un polímero de fosfato, en el que la (co)polimerización se lleva a cabo en presencia de un agente de transferencia de cadena y por polimerización en disolución en un disolvente de tipo acuoso.

Además, la presente invención se refiere a una composición de polímero de fosfato que contiene el polímero de fosfato obtenido en el procedimiento de producción anterior de la presente invención y a un procedimiento de producción de un dispersante de cemento que incluye la composición de polímero de fosfato.

5 Descripción detallada de la invención

El documento JP-A 2003-146992 se refiere a tecnologías usadas para obtener un polímero curado por rayos ultravioleta o similares, y los polímeros obtenidos en un estado líquido tal como una disolución acuosa no son el objeto de estas tecnologías.

La presente invención proporciona un procedimiento para producir un polímero de fosfato, que tiene altas cualidades, por ejemplo, un buen olor y tono, a una escala industrial de forma fácil y segura, para obtener un polímero de fosfato que es adecuado para una composición que contiene un polvo hidráulico, en especial como material para un dispersante de cemento.

Además, está el caso en el que el fosfato polimerizable sufre una transposición de éster con el tiempo o por calentamiento durante el almacenamiento y varía su composición (composición en porcentaje de estructura de monoéster, estructura de diéster y estructura de triéster). Debido a que el fosfato polimerizable es un monómero reactivo, se prefiere que el polímero de fosfato se almacene en un lugar o en un espacio oscuro y seco, para limitar así una variación en la composición y restringir la polimerización.

La presente invención también proporciona un procedimiento de producción de un polímero de fosfato, estabilizando el procedimiento la composición de un polímero de fosfato, y al mismo tiempo, mejora las características de manejo y el rendimiento de la producción cuando se produce el polímero, y suprime la variación en el rendimiento del polímero, haciendo así posible, por ejemplo, desarrollar alta y establemente el rendimiento de dispersión.

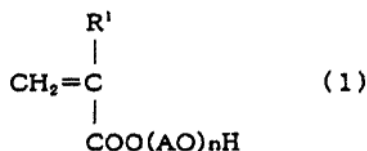
La presente invención proporciona un procedimiento para producir un polímero de fosfato que tiene altas cualidades, por ejemplo, un buen olor y un buen tono, en una escala industrial de forma fácil y segura, para obtener un polímero de fosfato que es adecuado para una composición que contiene un polvo hidráulico, en especial como material para un dispersante de cemento, que puede presentar una alta dispersabilidad de forma estable.

El polímero de fosfato es preferible, por ejemplo, materia prima de dispersantes tales como polvos inorgánicos.

De acuerdo también con la presente invención, se proporciona un procedimiento de producción de un polímero de fosfato, de modo que se mejora la estabilidad de la composición del polímero de fosfato, y al mismo tiempo se mejoran las características de manejo y el rendimiento de la producción, y se puede obtener un polímero de fosfato que puede presentar de forma estable una alta dispersabilidad del polímero.

40 Etapa (I)

La etapa (I) de la presente invención es una etapa en la que se añaden un agente fosfatante (2) y un inhibidor de polimerización a un sistema de reacción que contiene un compuesto hidroxílico orgánico (1) representado por la siguiente fórmula (1), para hacer reaccionar el compuesto hidroxílico orgánico (1) con el agente fosfatante (2) para producir un fosfato polimerizable, en la que el compuesto hidroxílico orgánico (1) y el agente fosfatante (2) se usan en condiciones tales que el valor dado por la siguiente fórmula (I) es de 2,0 a 4,0, y el sistema de reacción se mantiene a una temperatura de 40 °C a 75 °C desde el inicio de la adición del agente fosfatante (2) hasta terminar la adición del agente fosfatante (2):



50

En la fórmula, R¹ representa un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, A representa un grupo alquileo que tiene de 2 a 12 átomos de carbono y n indica un número de 0,1 a 20 de media.

55

$$\frac{\left(\begin{array}{l} \text{El número de moles de agua que} \\ \text{contiene } n(\text{H}_2\text{O}), \text{ incluidos en el} \\ \text{agente fosfatante representado} \\ \text{por } \text{P}_2\text{O}_5 \cdot n(\text{H}_2\text{O}) \end{array} \right) + \left(\begin{array}{l} \text{El número de moles de un} \\ \text{compuesto hidroxílico o orgánico} \end{array} \right)}{\text{(el número de moles del agente fosfatante basado en } \text{P}_2\text{O}_5 \text{)}} \quad (I)$$

En la fórmula (I) usada en la presente invención, el agente fosfatante (2) se representa por $\text{P}_2\text{O}_5 \cdot n(\text{H}_2\text{O})$, por 5 conveniencia.

Además, el número de moles del agente fosfatante definido en la fórmula (I) muestra la cantidad (moles) de unidades de P_2O_5 derivadas del agente fosfatante (2) introducido en el sistema de reacción como materia prima.

- 10 Además, el número de moles de agua muestra la cantidad (moles) de agua (H_2O) derivada del agente fosfatante introducido en el sistema de reacción como materia prima. En otras palabras, el agua anterior incluye toda el agua que existe en el sistema de reacción cuando el ácido polifosfórico se representa como ($\text{P}_2\text{O}_5 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) y el ácido ortofosfórico se representa como ($1/2 (\text{P}_2\text{O}_5 \cdot 3\text{H}_2\text{O})$). En el compuesto hidroxílico orgánico (1) representado por la fórmula (1) y usado en la presente invención, R^1 representa un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarburo que 15 tiene de 1 a 10 átomos de carbono, preferiblemente un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, más preferiblemente un átomo de hidrógeno o un grupo metilo e incluso más preferiblemente un grupo metilo. A representa un grupo alquileo (incluyendo un grupo polimetileno tal como un grupo trimetileno) que tiene de 2 a 12 átomos de carbono y preferiblemente un grupo alquileo que tiene de 2 a 3 átomos de carbono. n indica un número medio de moles añadidos de óxido de alquileo, un número de 0,1 a 20, preferiblemente de 0,5 a 20 15, más preferiblemente de 1 a 10 e incluso más preferiblemente de 1 a 5 como media. El compuesto hidroxílico orgánico (1) preferiblemente es un aducto de óxido de alquileo y ácido metacrílico o ácido acrílico (el óxido de alquileo tiene de 2 a 12 átomos de carbono y el número medio de moles añadidos de óxido de alquileo es de 0,1 a 20).
- 25 El agente fosfatante (2) usado en la presente invención, preferiblemente es al menos uno seleccionado de pentóxido de fósforo, ácido fosfórico y ácido polifosfórico. Los ejemplos del ácido fosfórico incluyen ácido ortofosfórico y tipos de disoluciones acuosas disponibles en el comercio tales como una disolución acuosa de ácido fosfórico al 75%. Además, los ejemplos del ácido polifosfórico incluyen condensados de ácido ortofosfórico (por ejemplo, los que son condensados de ácido ortofosfórico y ácido fosfórico fuerte al 116% disponible en el comercio). Estos compuestos 30 se pueden usar solos o en combinaciones de dos o más. En estas combinaciones, las cantidades de los compuestos que se combinan se pueden cambiar opcionalmente en la medida en que se cumpla la fórmula (I) anterior. Específicamente, se prefiere una combinación de ácido ortofosfórico y pentóxido de fósforo (anhídrido de ácido fosfórico) o una combinación de ácido ortofosfórico, ácido polifosfórico y pentóxido de fósforo (anhídrido de ácido fosfórico), y es particularmente preferible una combinación de ácido ortofosfórico y pentóxido de fósforo (anhídrido 35 de ácido fosfórico).

El contenido de agua en el pentóxido de fósforo anterior preferiblemente es 5% en peso o menos para prevenir que el pentóxido de fósforo quede sin disolver. Se pueden usar otros agentes fosfatantes tales como oxiclورو de fósforo. Aquí, el documento JP-A 2003-146992 anterior describe que se usa pentóxido de fósforo y agua cuando se 40 fosforila el acrilato de 2-hidroxietilo. Sin embargo, en el caso en el que, como en la presente invención, el compuesto hidroxílico orgánico (1) tiene un enlace éster, la cantidad de agua que hay que añadir al sistema preferiblemente es pequeña. Esto se debe a que la reducción de la cantidad de agua en el sistema puede prevenir suficientemente que se produzca el fenómeno de que aunque el agua reacciona con el pentóxido de fósforo y reacciona con el compuesto hidroxílico orgánico (1) a través de un ácido polifosfórico, la temperatura del sistema se eleva por 45 generación de calor de modo que los enlaces éster del compuesto hidroxílico orgánico (1) son hidrolizados por el agua que queda en el sistema de reacción. Con el fin de limitar la hidrólisis de los enlaces éster del compuesto hidroxílico (1), es necesario mantener el sistema de reacción a temperaturas inferiores y por lo tanto, la suspensión del anhídrido de ácido fosfórico (pentóxido de fósforo) se añade gota a gota en el sistema de 0 a 30 °C en los ejemplos y los ejemplos comparativos del documento JP-A 2003-146992. Sin embargo, las condiciones de 50 temperatura más alta son ventajosas en vista de la carga en el equipamiento y en vista de los costes para producir el polímero en una escala industrial. En la presente invención, se usa un agente fosfatante que se puede usar en forma de una disolución acuosa, y específicamente, una disolución acuosa de ácido fosfórico al 75%, como se describe más adelante, por ejemplo, en los ejemplos, y se combinan el pentóxido de fósforo y un agente fosfatante que se pueden usar en forma de una disolución acuosa, de modo que el agente fosfatante se puede suministrar en una 55 cantidad eficaz mientras que se reduce la cantidad de agua que se usa en conjunto. Además, la hidrólisis de los enlaces éster está limitada incluso de 50°C a 100°C y en particular de 70°C a 100°C, que son temperaturas relativamente más altas cuando el pentóxido de fósforo se vierte en el sistema. Por lo tanto, se prefieren las combinaciones anteriores de los agentes fosfatantes.

60 En la presente invención, el compuesto hidroxílico orgánico (1) y el agente fosfatante (2) están en una cantidad tal

que el valor dado por la fórmula (I) anterior es de 2,0 a 4,0. Cuando esta relación está en este intervalo, el agente fosfatante (2) está contenido en una cantidad adecuada y por lo tanto, se puede obtener de forma eficaz un monofosfato polimerizable.

- 5 La presente invención se proporciona con una etapa de adición del agente fosfatante (2) en el sistema de reacción que contiene el compuesto hidroxílico orgánico (1). En cuanto a la temperatura del sistema de reacción cuando se añade el agente fosfatante (2), y en particular, pentóxido de fósforo al sistema de reacción, el agente fosfatante (2) se añade a una temperatura necesariamente de 40 a 75 °C desde el inicio hasta el final de la adición, desde el punto de vista de mejoras en la velocidad y el rendimiento de la reacción de las estructuras de éster y el olor del polímero
10 obtenido usando un compuesto de fosfato polimerizable.

- El tiempo (tiempo considerado desde el inicio hasta el final de la adición) necesario para añadir el agente fosfatante (2), y en particular pentóxido de fósforo, al sistema de reacción que incluye el compuesto hidroxílico orgánico (1), preferiblemente es menor de 20 h, más preferiblemente de 0,1 h a 20 h, incluso más preferiblemente de 0,5 h a 10 h,
15 e incluso más preferiblemente de 1 h a 6 h. También es preferible añadir la cantidad total del agente fosfatante (2) al sistema de reacción sea de forma sucesiva o intermitente y gradual.

- En la etapa de adición del agente fosfatante, y en particular pentóxido de fósforo, es importante reducir la coloración y suprimir la polimerización del compuesto hidroxílico orgánico (1). Con el fin de conseguir esto, se prefiere llevar a
20 cabo la reacción con agitación, con una potencia de agitación de 1,5 kW/m³ o más. Como pala agitadora que consigue dicha potencia de agitación, son preferibles una pala Houdrer, pala de rueda de paletas, álabe de turbina, pala de hélice y pala de ancla. Estas palas se pueden usar en combinaciones de dos o más. Además, con el fin de mejorar la fuerza de cizalladura de la agitación, se prefiere instalar una placa deflectora en el recipiente de reacción.

- 25 Aunque no hay limitación de la temperatura después de añadir el agente fosfatante (2), la reacción preferiblemente se lleva a cabo de 0 °C a 100 °C. En otras palabras, la temperatura del sistema de reacción se mantiene a una temperatura en el intervalo preferiblemente de 0 °C a 100 °C, más preferiblemente de 20 °C a 90 °C, incluso más preferiblemente de 30 °C a 85 °C e incluso más preferiblemente de 60 a 85 °C, puesto que la adición del agente fosfatante (2) al sistema de reacción está puesta en marcha hasta que la reacción entre el compuesto hidroxílico
30 orgánico (1) y el agente fosfatante (2) ha acabado. Además, el tiempo de reacción preferiblemente es de 0,1 a 20 h, más preferiblemente de 0,5 a 10 h e incluso más preferiblemente de 1 a 5 h.

- Después de terminar la reacción de fosfatación, los condensados producidos de ácido fosfórico (compuestos orgánicos que tienen enlaces de ácido pirofosfórico y ácido fosfórico) se pueden reducir por hidrólisis.
35

- En la presente invención, se añade un inhibidor de la polimerización en la reacción para limitar la polimerización durante la reacción o el almacenamiento y para estabilizar la composición. Preferiblemente se añade un inhibidor de la polimerización adicional, después de que haya terminado la reacción, para el almacenamiento.

- 40 Aunque no hay una limitación particular para el inhibidor de polimerización, por ejemplo, uno o más inhibidores de polimerización se seleccionan del grupo que tiene compuestos aromáticos de quinona y compuestos de tipo nitrosamino. Más específicamente, se prefieren uno o más tipos seleccionados de éter monometílico de hidroquinona, hidroquinona, 4-metoxi-1-naftol, β-benzoquinona, metil-p-benzoquinona, terc-butilbenzoquinona, 2,5-difenil-p-benzoquinona, 2,5-terc-butil-hidroquinona, metilhidroquinona, 2,5-bis(1,1-dimetilbutil)hidroquinona, terc-
45 butil-hidroquinona, p-benzoquinona, N-nitrosufenilhidroxilamina, sal de aluminio de la N-nitrosufenilhidroxilamina, 2,5-bis(1,1,3,3-tetrametilbutil)hidroquinona y fenotiazina. Se prefiere un compuesto aromático de tipo de quinona, son más preferidos uno o más tipos seleccionados de éter monometílico de hidroquinona, hidroquinona y metilhidroquinona, y es incluso más preferido el éter monometílico de hidroquinona. La cantidad de estos inhibidores de polimerización que se añade, preferiblemente es de 0,0001 a 5% en peso, más preferiblemente de 0,0005 a 3%
50 en peso, incluso más preferiblemente de 0,01 a 2% en peso, incluso más preferiblemente de 0,03 a 1% en peso e incluso más preferiblemente de 0,05 a 0,5% en peso basado en la cantidad total cargada.

- En la presente invención, no se impone limitación particular al contenido del compuesto hidroxílico orgánico (1) que queda sin reaccionar en el sistema de reacción después de haber terminado la reacción. Sin embargo, la cantidad residual del compuesto hidroxílico orgánico (1) preferiblemente es pequeña desde el punto de vista de una mejora en la pureza del producto previsto.
55

- El fosfato polimerizable obtenido en la etapa (I) en la presente invención, en general tiene una mezcla de una estructura de monoéster y una estructura de diéster, y se puede usar como la composición de fosfato polimerizable.
60 La composición es útil como materia prima de los agentes de tratamiento de fibras, pinturas, materiales dentales o similares, y también como materia prima para dispersantes usados para polvos hidráulicos, y se prefiere en particular como materia prima para dispersantes de cemento que desarrollan una alta capacidad de reducción de agua.

- 65 Etapa (II)

En la etapa (II) en la presente invención, la composición de fosfato polimerizable que se obtiene en la etapa (I) y contiene el fosfato polimerizable y el inhibidor de polimerización, se calienta de 40 a 100 °C y se añade al sistema de reacción para polimerizar los fosfatos polimerizables o polimerizar el fosfato polimerizable con un monómero copolimerizable con el fosfato polimerizable, produciendo así un polímero de fosfato.

5

Como se ha mencionado antes, la composición de fosfato polimerizable contiene el fosfato polimerizable que tiene un enlace insaturado en la molécula, obtenido en la etapa (I), y el inhibidor de polimerización. Además, la composición de fosfato polimerizable puede contener un monómero copolimerizable con el fosfato polimerizable y otros componentes. Aquí, como inhibidor de la polimerización usado en la etapa (II), se pueden usar los dados en la etapa (I). En este caso, aunque los tipos de inhibidores de polimerización usados en las etapas (I) y (II) pueden ser diferentes uno de otro, es más preferible usar el mismo tipo.

10

En general, una parte o todo el inhibidor de polimerización añadido en la etapa (I) es consumido en la etapa (I), y por lo tanto, se prefiere confirmar la cantidad residual del inhibidor de polimerización en la composición de fosfato polimerizable antes de la etapa (II). Es preferible que después se añada el inhibidor de polimerización al producto de reacción obtenido en la etapa (I), de modo que la cantidad de inhibidor de polimerización contenida en el sistema de reacción esté dentro del intervalo anterior para preparar la composición de fosfato polimerizable que se va a usar en la etapa (II) y contiene el fosfato polimerizable y una cantidad especificada del inhibidor de polimerización. La etapa de adición compensa el inhibidor de polimerización consumido, como se mencionará más adelante.

20

Después, la composición de fosfato de polimerización obtenida de esta forma se lleva a la siguiente reacción de polimerización, en la que se usa en condiciones en las que se calienta de 40 °C a 100 °C. Este procedimiento es preferible desde el punto de vista de la dispersabilidad del polímero.

En procedimientos convencionales, el monómero polimerizable preferiblemente se enfría positivamente para limitar la polimerización cuando el monómero polimerizable se almacena antes de hacerlo reaccionar. Sin embargo, el monómero se calienta desde un estado de baja temperatura donde el monómero enfriado es muy viscoso, dando lugar a una eficacia de trabajo disminuida. Por el contrario, en la presente invención, el monómero polimerizable se puede mantener en un estado de baja viscosidad y alta fluidez durante un tiempo mayor antes de la reacción, y por lo tanto, no se produce un deterioro de las cualidades del polímero incluso si el monómero se somete a la reacción tal como está. La composición de fosfato polimerizable usado en la etapa (II) preferiblemente contiene el inhibidor de polimerización en una cantidad de 0,0001 a 10% en peso. En particular, si el inhibidor de la polimerización se formula en una cantidad tal como, por ejemplo, de 0,01 a 10% en peso, preferiblemente de 0,03 a 5% en peso, más preferiblemente de 0,05 a 3% en peso e incluso más preferiblemente de 0,1 a 2% en peso, se obtiene un efecto de retención de la calidad mejor.

35

La temperatura de calentamiento del monómero polimerizable es de 40 °C a 100 °C, preferiblemente de 40 °C a 90 °C, más preferiblemente de 40 °C a 80 °C, incluso más preferiblemente de 40 °C a 70 °C e incluso más preferiblemente de 40 °C a 60 °C. El calentamiento del sistema de reacción empieza antes de introducir el monómero y esta temperatura se mantiene hasta que se ha completado la introducción del monómero en el sistema de reacción.

40

Además, el tiempo (tiempo predeterminado) requerido para añadir la composición de fosfato polimerizable calentada de 40 °C a 100 °C al sistema de reacción, preferiblemente es de 0,1 a 48 h, más preferiblemente de 0,5 a 35 h, incluso más preferiblemente de 1 a 30 h e incluso más preferiblemente de 1 a 24 h.

45

La viscosidad de la composición de fosfato polimerizable calentada de 40 °C a 100 °C es preferiblemente 1000 mPa·s o menos y más preferiblemente 500 mPa·s o menos desde el punto de vista de la trabajabilidad, una mejora del rendimiento y la estabilidad de la composición en la etapa (II). En este caso, la medición de la viscosidad se hace de acuerdo con el estándar industrial japonés K6833.

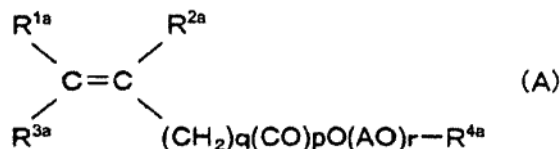
50

En la etapa (II), la polimerización se lleva a cabo después de tratar la composición de fosfato polimerizable que contiene el fosfato polimerizable y el inhibidor de polimerización obtenidos en la etapa (I), de 40 °C a 100 °C. La temperatura de tratamiento preferiblemente es de 40°C a 90 °C, más preferiblemente de 40 °C a 80 °C, incluso más preferiblemente de 40 °C a 70 °C e incluso más preferiblemente de 40 °C a 60 °C. En general, solo se requiere dejar reposar la composición de fosfato polimerizable en dicho entorno de temperatura, El tiempo de tratamiento preferiblemente es de 0,1 a 48 h, más preferiblemente de 0,5 a 35 h, incluso más preferiblemente de 1 a 30 h e incluso más preferiblemente de 1 a 24 h. Cuando se lleva a cabo dicho tratamiento, la composición tratada se puede usar como la composición de fosfato polimerizable puesta en un estado caliente mientras se mantiene esa temperatura y se puede añadir al sistema de reacción en la etapa (II).

60

En la presente invención, además de los homopolímeros del fosfato polimerizable, se pueden obtener copolímeros del fosfato polimerizable y otros monómeros copolimerizables con el fosfato polimerizable. El fosfato polimerizable preferiblemente es de uno o más tipos seleccionados de fosfato de 2-metacrililoioxietilo y fosfato de 2-acrililoioxietilo. Además, como monómero polimerizable con el fosfato polimerizable, se prefieren monómeros (en lo sucesivo denominados "monómero A") representados por la siguiente fórmula (A).

65



En la fórmula, R^{1a} y R^{2a} representan respectivamente un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, siendo preferido un grupo metilo, y R^{3a} representa un átomo de hidrógeno o $-(CH_2)_q(CO)_pO(AO)_r-R^{4a}$, en el que AO representa un grupo oxialquileo que tiene de 2 a 4 átomos de carbono o un grupo oxiestireno, p indica un número 0 ó 1, q indica un número de 0 a 2, r indica el número medio de moles añadidos de AO e indica un número de 3 a 300, y R^{4a} representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 18 átomos de carbono.

10

En el monómero A, R^{1a} y R^{2a} en la fórmula (A) representan respectivamente un átomo de hidrógeno o un grupo metilo, siendo preferido en particular un grupo metilo. R^{3a} representa un átomo de hidrógeno o $-(CH_2)_q(CO)_pO(AO)_r-R^{4a}$, siendo preferido un átomo de hidrógeno. Los ejemplos de un grupo $(R^{1a})(R^{3a})C=C(R^{2a})(CH_2)_q$ no sustituido en la fórmula (A) incluyen un grupo vinilo, grupo alilo y grupo metalilo.

15

Cuando p es 0, AO y $(CH_2)_q$ están unidos por un enlace éter y cuando p es 1, AO y $(CH_2)_q$ están unidos por un enlace éster. q es un número de 0 a 2, preferiblemente 0 ó 1 y más preferiblemente 0. AO representa un grupo oxialquileo que tiene de 2 a 4 átomos de carbono o un grupo oxiestireno, preferiblemente es un grupo oxialquileo que tiene de 2 a 4 átomos de carbono y más preferiblemente contiene un grupo etilenoxi (en lo sucesivo denominado un "grupo EO"), y contiene grupos EO en una cantidad más preferiblemente de 70 % en moles o más, incluso más preferiblemente 80 % en moles o más e incluso más preferiblemente 90 % en moles o más, y es incluso más preferido que todos los AO sean grupos EO. r indica el número medio de moles añadidos de AO e indica un número de 3 a 400, preferiblemente un número de 5 a 250 e incluso más preferiblemente un número de 3 a 200. Las r unidades que se repiten como media pueden incluir diferentes AO, que pueden estar conectados por adición aleatoria, adición de bloques o mezcla de estas adiciones. Por ejemplo, AO puede incluir un grupo óxido de propileno o similares, además de un grupo EO.

En el caso de usar el polímero como un dispersante de composición hidráulica, por ejemplo, r en la fórmula (A) preferiblemente es de 3 a 300, más preferiblemente de 3 a 150 e incluso más preferiblemente de 3 a 120, desde el punto de vista de reducir más la viscosidad del cemento.

30

R^{4a} representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 18 átomos de carbono. R^{4a} es un grupo alquilo que tiene, preferiblemente, de 1 a 12, más preferiblemente de 1 a 4, e incluso más preferiblemente 1 ó 2 átomos de carbono, y es incluso más preferiblemente un grupo metilo.

35

Como monómero A, se usan preferiblemente productos (semi)esterificados de polialquilenglicol bloqueado con un alquilo terminal tal como metoxipoliethylenglicol, metoxipolipropilenglicol, metoxipolibutilenglicol, metoxipoliestirenglicol o etoxipoliethylenglicol y un ácido (met)acrílico o ácido maleico o productos esterificados de alcohol (met)alílico, y aductos de óxido de alquileo C_{2-4} que tienen de 2 a 4 átomos de carbono y ácidos (met)acrílicos, ácido maleico o alcoholes (met)alílicos.

40

El monómero A más preferiblemente son productos esterificados de alcoxi y en particular, metoxipoliethylenglicol y ácidos (met)acrílicos. Los ejemplos específicos de estos productos esterificados pueden incluir metacrilato de ω -metoxipoliethylenglicol, acrilato de ω -metoxipoliethylenglicol y similares, siendo más preferido el metacrilato de ω -metoxipoliethylenglicol.

45

Además, como monómeros distintos del monómero A, se pueden usar monómeros de tipo ácido monocarboxílico tales como ácidos (met)acrílicos y ácido crotonico, monómeros de tipo ácido dicarboxílico tales como ácido maleico, ácido itacónico y ácido fumárico o sus anhídridos o sales (por ejemplo, sales de metales alcalinos, sales de metales alcalinotérreos, sales de amonio, sales de mono-, di- o tri-alquil(de 2 a 8 átomos de carbono)-amonio en las que el grupo hidroxilo puede estar sustituido) o ésteres. Entre estos compuestos, los ejemplos preferidos pueden incluir ácidos (met)acrílicos, ácido maleico y anhídrido de ácido maleico, y los ejemplos más preferidos pueden incluir ácidos (met)acrílicos o sus sales de metales alcalinos. Aquí, el ácido (met)acrílico significa un ácido acrílico y/o un ácido metacrílico. Otros ejemplos de otros monómeros también pueden incluir ácido alilsulfónico, ácido metalilsulfónico, sales de metales alcalinos, sales de metales alcalinotérreos, sales de amonio o sales de amina de cualquiera de estos ácidos. Los ejemplos adicionales de otros monómeros pueden incluir una (met)acrilamida, N-metil(met)acrilamida, N,N-dimetil(met)acrilamida, ácido 2-(met)acrilamida-2-metasulfónico, ácido 2-(met)acrilamida-2-etanosulfónico, ácido 2-(met)acrilamida-2-propanosulfónico, estireno, ácido estirenosulfónico y similares.

55

En cuanto a las condiciones de polimerización específicas, por ejemplo, un polímero de fosfato se puede producir

60

añadiendo opcionalmente un agente quelante, y similares, a un sistema de medio acuoso y añadiendo gota a gota la composición de fosfato de polimerización, calentada a una temperatura predeterminada, en presencia de un inhibidor de polimerización para llevar a cabo la reacción de polimerización.

- 5 Además, en la reacción de polimerización, la polimerización se lleva a cabo en presencia de un agente de transferencia de cadena. Cuando se usa el monómero A, el agente de transferencia de cadena se usa en una relación, preferiblemente de 4% en moles o más, más preferiblemente 6% en moles o más e incluso más preferiblemente 8% en moles o más, basado en el número total de moles de estructura de monofosfato, estructura de difosfato y monómero A en el fosfato polimerizable. El límite superior de la relación preferiblemente es 100% en moles o menos, más preferiblemente 60% en moles o menos, incluso más preferiblemente 30% en moles o menos e incluso más preferiblemente 15% en moles o menos. Los ejemplos del agente de transferencia de cadena incluyen agentes de transferencia de cadena de tipo tiol, agentes de transferencia de cadena de tipo hidrocarburo halogenado y similares, siendo preferidos los agentes de transferencia de cadena de tipo tiol. Como agentes de transferencia de cadena de tipo tiol, son preferidos los que tienen un grupo -SH. Son preferidos los representados por la fórmula HS-R-Eg (en la que R representa un grupo derivado de hidrocarburos que tienen de 1 a 4 átomos de carbono, E representa grupo -OH, -COOM, -COOR' o -SO₃M, M representa un átomo de hidrógeno, un metal monovalente, un metal divalente, un grupo amonio o un grupo amina orgánica, R' representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono y g indica un número entero 1 ó 2). Los ejemplos del agente de transferencia de tipo tiol incluyen mercaptoetanol, tioglicerol, ácido tioglicólico, ácido 2-mercaptopropiónico, ácido 3-mercaptopropiónico, ácido tiomálico, octil-tioglicolato de octilo, 3-mercaptopropionato y similares. Son preferidos el ácido mercaptopropiónico y mercaptoetanol y es más preferido el ácido mercaptopropiónico desde el punto de vista de un efecto de transferencia de cadena en la reacción de copolimerización. Estos compuestos se pueden usar solos o en combinaciones de dos o más.
- 25 La producción anterior se lleva a cabo preferiblemente por el procedimiento de polimerización en disolución usando un disolvente de tipo acuoso (agua o una mezcla de agua y un disolvente orgánico). Como iniciador de polimerización acuoso, se puede usar una sal de amonio o sal de metal alcalino de ácido persulfúrico o peróxido de hidrógeno, o compuestos azo solubles en agua tales como dihidrocloruro de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) o 2,2'-azobis(2-metilpropionamida) dihidrato. Se pueden usar promotores tales como hidrogenosulfito sódico y compuestos de amina en combinación con el iniciador de polimerización.

Además, en la reacción de polimerización, la composición de fosfato polimerizable se introduce en el sistema de reacción mientras se mantiene a una temperatura de 40 a 100 °C. En la reacción de polimerización, el pH del sistema de reacción (preferiblemente desde el inicio al final de la reacción) preferiblemente es 7 o menos, desde el punto de vista de la uniformidad de la disolución de monómero y de prevenir que la disolución de monómero gelifique. El pH del sistema de reacción es más preferiblemente de 0,1 a 6, e incluso más preferiblemente de 0,2 a 4,5. Además, el pH de la composición de fosfato polimerizable preferiblemente se hace que sea 7 o menos cuando se usa, y este pH se mide a 20°C.

40 Además, en la etapa (II), la temperatura de la reacción (temperatura en el sistema de reacción) está en el intervalo preferiblemente de 40 a 100 °C, más preferiblemente de 50 °C a 100 °C, e incluso más preferiblemente de 60 °C a 95 °C, y el tiempo de reacción preferiblemente es de 0,1 h a 10 h y más preferiblemente de 0,5 a 5 h. El sistema de reacción se neutraliza con un agente alcalino (hidróxido sódico) según la necesidad, para obtener un polímero de fosfato de acuerdo con la presente invención.

45 El procedimiento de producción de la presente invención es adecuado como procedimiento de producción de un dispersante en polvo tal como una composición hidráulica que contiene el polímero de fosfato de la presente invención.

50 La composición de fosfato polimerizable que contiene el fosfato polimerizable que tiene un enlace de carbono insaturado en su molécula y el inhibidor de polimerización se calientan de 40 a 100 °C y después se añaden al sistema de reacción para dar la reacción de polimerización. El procedimiento de producción de un polímero de fosfato se puede llevar a cabo de acuerdo con la etapa (II) anterior.

55 Breve descripción de la invención

La figura 1 es una vista esquemática de un dispositivo de ensayo del momento de torsión y un registrador usado para medir la viscosidad en un ejemplo de ensayo. La figura 2 muestra la relación entre el momento de torsión y la viscosidad del polietilenglicol (PM: 20.000) usado para calcular la viscosidad en un ejemplo de ensayo.

60

Ejemplos

Los siguientes ejemplos son para explicar realizaciones de la presente invención e ilustrar la presente invención y no se pretende que sean limitantes de la presente invención.

65

Las condiciones de cromatografía de gases y RMN ³¹P que se usaron para el análisis de la composición en los

siguientes ejemplos y ejemplos comparativos se muestran a continuación.

Condiciones de RMN ³¹P

- 5 Instrumento de medición: Mercury 400, 500 Ω Hertz
 Disolvente: metanol pesado
 Temperatura de medición: temperatura ambiente
 Condiciones de medición: procedimiento de desacoplamiento restringido inverso

- 10 Puntos de datos observados: 10336
 Amplitud del pulso: (5,833 μsec) pulso de 35°
 Intervalo de medición: 6459,9 Hz
 Número integrante de revoluciones: 128

15 Condiciones de RMN ¹H

Instrumento de medición: Mercury 400 (Varian)
 Disolvente: disolución mezcla de agua pesada/metanol pesado
 Condiciones de medición: Amplitud del pulso, pulso de 45°

- 20 Intervalo de medición: 6410,3 Hz
 Número integrante de revoluciones: 8

Condiciones de cromatografía de gases

- 25 Muestra: metilada con diazometano
 Columna: Ultra ALLOY, 15 m × 0,25 mm di × 0,15 μm df
 Gas portador: He, relación de división 50:1
 Temperatura de la columna: 40 °C (5 min) → 10 °C /min → 300 °C /15 min
 30 Temperatura del puerto de inyección: 300 °C
 Temperatura del detector: 300 °C

Además, se muestran a continuación las condiciones de la cromatografía de permeabilidad en geles (GPC) adaptada para medir el peso molecular del polímero en los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos.

- 35 Condiciones de GPC
 Columna: G4000PWXL + G2500PWXL (Toso)
 Eluyente: tampón de ácido fosfórico 0,2 M/CH₃CN = 9/1
 40 Caudal: 1,0 ml/min
 Temperatura de la columna: 40°C
 Detector: RI
 Tamaño de la muestra: 0,2 mg/ml
 Material estándar: basado en polietilenglicol

45 **Ejemplo 1**

(I) Producción de un fosfato polimerizable (Etapa I)

- 50 Un recipiente de reacción que tenía una capacidad de 1000 ml, sumergido en agua fría, se cargó con 371,5 g de metacrilato de 2-hidroxietilo, 50,5 g de ácido fosfórico al 75% y 0,1 g de éter monometílico de hidroquinona. La mezcla se agitó durante 0,5 h y se cargaron 178 g de pentóxido de fósforo de 45 a 50 °C durante 1 h, hasta que se terminó la adición, de forma que se mantuviera el sistema de reacción a 50 °C o menos. La relación definida por la fórmula (I) anterior era 3,0. Después, la mezcla se calentó a 80°C y se hizo reaccionar durante 5 h. Después de
 55 confirmarse que la cantidad de metacrilato de 2-hidroxietilo era 1% o menos por cromatografía de líquidos de alto rendimiento, la mezcla de reacción se enfrió. La viscosidad del producto obtenido era 2350 mPa.s a temperatura ambiente (25 °C). Además, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona, que era un inhibidor de polimerización en este producto, se midió por RMN ¹H, y como resultado, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona era 0,03% en peso.

- 60 (II) Producción de un polímero de fosfato (etapa (II))

- Se añadieron 0,6 g (0,1% en peso, basado en el peso del fosfato polimerizable) de éter monometílico de hidroquinona al producto que contenía fosfato de 2-metacrililoiloxietilo para hacer una composición de fosfato
 65 polimerizable que incluía el fosfato polimerizable y el inhibidor de polimerización, que después se almacenó en un baño con termostato a 80 °C durante 24 h. Las relaciones de composición de una estructura de monoéster,

estructura de diéster y estructura de triéster del fosfato polimerizable en la composición después de haber almacenado el producto, se muestran en la tabla 1 (aquí, las relaciones de composición son los valores cuando el total de estructura de monoéster, estructura de diéster y estructura de triéster y estructura de diéster de etilenglicol se ajustaba a 100% (relación en peso)). Además, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona, que era un
 5 inhibidor de polimerización en este producto, se midió por RMN ¹H, y como resultado, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona contenido era 0,06% en peso.

Después, un matraz de 4 bocas que tenía una capacidad de 1000 ml, que se había preparado previamente, se cargó con 246 g de agua y la atmósfera en el matraz se sustituyó por nitrógeno mientras se agitaba el agua para aumentar
 10 la temperatura en el matraz a 80 °C. Después, 27,9 g de la composición de fosfato polimerizable anterior se pesaron y se añadieron en un vaso de precipitados a 80 °C (180 mPa.s), y después se añadieron a una disolución preparada mezclando y disolviendo 55 g de monometacrilato de ω-metoxipolietilenglicol (número de moles de óxido de etileno añadidos: 23) y 2,2 g de mercaptopropiona en 55 g de agua de intercambio iónico. Se usaron 27,5 g (de 27,9 g) de
 15 la composición de fosfato polimerizable anterior (la viscosidad cuando se cargó era 180 mPa.s). Esta disolución preparada y una disolución preparada disolviendo 3,76 g de persulfato amónico en 45 g de agua se añadieron respectivamente gota a gota en el matraz a lo largo de 1,5 h. El pH durante la reacción era 1,4. Después de envejecer la disolución de la reacción durante 1 h, se añadió gota a gota una disolución obtenida disolviendo 1,88 g de persulfato amónico en 15 g de agua a la mezcla de reacción, a lo largo de 30 min. Después, la disolución de la
 20 reacción se envejeció a 80°C durante 2 h. El pH de la disolución de la reacción era 1,3. Después de terminar el envejecimiento, se añadió una disolución de hidróxido sódico al 20% para ajustar la disolución a pH 5,5, obteniendo así un polímero de fosfato (disolución de polímero). Cuando se midió el peso molecular del polímero obtenido por GPC, el peso molecular medio ponderado del polímero era 29.000.

Ejemplo 2

25

(II) Producción de un polímero de fosfato (etapa (II))

Se añadieron 0,6 g (0,1% en peso, basado en el fosfato polimerizable) de éter monometílico de hidroquinona al producto obtenido en el ejemplo 1 y que contenía fosfato de 2-metacrilolioxietilo para preparar una composición de
 30 fosfato polimerizable que contenía fosfato polimerizable y un inhibidor de polimerización, y la composición de fosfato polimerizable obtenida se almacenó en un baño con termostato a 80 °C durante 1 h. Las relaciones de composición de estructura de monoéster, estructura de diéster y estructura de triéster del fosfato polimerizable en la composición después de haber almacenado el producto, se muestran en la tabla 1 (en la que, las relaciones de composición son los valores cuando el total de estructura de monoéster, estructura de diéster y estructura de triéster y estructura de
 35 diéster de etilenglicol se ajustaba a 100% (relación en peso)). Además, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona, que era un inhibidor de polimerización en este producto, se midió por RMN ¹H, y como resultado, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona contenido era 0,09% en peso. Después, el procedimiento se trasladó a la siguiente etapa de polimerización para obtener un polímero en las mismas condiciones que en el ejemplo 1, excepto que se cargaron 27,0 g de la composición de fosfato polimerizable (la viscosidad cuando se cargó era 190
 40 mPa.s). El peso molecular del polímero obtenido se midió por GPC, para encontrar que el peso molecular medio ponderado era 29.000.

Ejemplo comparativo 1

45 (I) Producción de un fosfato polimerizable (Etapa I)

Un recipiente de reacción que tenía una capacidad de 1000 ml, sumergido en agua fría, se cargó con 371,5 g de metacrilato de 2-hidroxietilo, 50,5 g de ácido fosfórico al 75% y 0,1 g de éter monometílico de hidroquinona. La mezcla se agitó durante 0,5 h y se cargaron 178 g de pentóxido de fósforo (contenido efectivo: 98,5 %) de 100 a 105
 50 °C durante 1 h, hasta que se terminó la adición. La relación definida por la fórmula (I) anterior era 3,0. Después, la mezcla se calentó a 80 °C y se hizo reaccionar durante 5 h. Después de confirmar que la cantidad de metacrilato de 2-hidroxietilo era 1% o menos por cromatografía de líquidos de alto rendimiento, la mezcla de reacción se enfrió. La viscosidad del producto obtenido era 2350 mPa.s a temperatura ambiente (25 °C). Además, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona, que era un inhibidor de polimerización en este producto, se midió por RMN ¹H, y
 55 como resultado, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona era 0,02% en peso.

(II) Producción de un polímero de fosfato (etapa (II))

Se añadieron 0,6 g (0,1% en peso, basado en el peso del fosfato polimerizable) de éter monometílico de
 60 hidroquinona al producto obtenido antes para hacer una composición de fosfato polimerizable que incluía el fosfato polimerizable y el inhibidor de polimerización, que después se almacenó en un baño con termostato a 80 °C durante 24 h. Las relaciones de composición de estructura de monoéster, estructura de diéster y estructura de triéster del fosfato polimerizable y estructura de diéster de etilenglicol en la composición después de haber almacenado el producto, se muestran en la tabla 1 (donde, las relaciones de composición son valores cuando el total de estructura
 65 de monoéster, estructura de diéster y estructura de triéster y estructura de diéster de etilenglicol se ajustaba a 100% (relación en peso)). Además, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona, que era un inhibidor de

polimerización en este producto, se midió por RMN ¹H, y como resultado, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona contenido era 0,05% en peso. Después, el procedimiento se trasladó a la siguiente etapa de polimerización para obtener un polímero en las mismas condiciones que en el ejemplo 1, excepto que se cargaron 27,2 g de la composición de fosfato polimerizable (la viscosidad cuando se cargó era 180 mPa.s). El peso molecular del polímero obtenido se midió por GPC, para encontrar que el peso molecular medio ponderado era 27.000.

Ejemplo 3

(II) Producción de un polímero de fosfato

10

El producto obtenido en la etapa (I) del ejemplo 1 se almacenó en un baño con termostato a 80 °C durante 24 h sin añadir al mismo éter monometílico de hidroquinona. Las relaciones de composición de estructura de monoéster, estructura de diéster y estructura de triéster del fosfato polimerizable y estructura de diéster de etilenglicol en la composición después de haber almacenado el producto, se muestran en la tabla 1 (en la que, las relaciones de composición son los valores cuando el total de estructura de monoéster, estructura de diéster y estructura de triéster y estructura de diéster de etilenglicol se ajustaba a 100% (relación en peso)). Además, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona, un inhibidor de polimerización, en la composición almacenada se midió por RMN ¹H, y como resultado, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona contenido era 0,01% en peso. Después, el procedimiento se trasladó a la siguiente etapa de polimerización para obtener un polímero en las mismas condiciones que en el ejemplo 1, excepto que se cargaron 27,4 g de la composición de fosfato polimerizable (la viscosidad cuando se cargó era 180 mPa.s). El peso molecular del polímero obtenido se midió por GPC, para encontrar que el peso molecular medio ponderado era 28.000.

15

20

Tabla 1

		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2
Relación de composición (% en peso)	Estructura de monoéster	64,5	64,3	51,1	48,5
	Estructura de diéster	27,3	27,5	31,9	29,9
	Estructura de triéster	1,5	1,6	3,5	4,1
	Estructura de diéster de etilenglicol	6,7	6,6	13,5	17,5
	Total	100	100	100	100
Evaluación de un olor		O	O	Δ	O

25

En la tabla, la "Evaluación de un olor" se llevó a cabo por la evaluación funcional del olor de la disolución de polímero obtenido por tres miembros de un panel. Una muestra que tenía un ligero olor se clasificó como "O", una muestra que tenía un olor relativamente fuerte se clasificó como "p" y una muestra que tenía un olor fuerte se clasificó como "x". En la tabla 1 se muestra el mismo resultado de evaluación de dos o más miembros del panel entre 3 miembros del panel.

30

Ejemplo de ensayo 1

(I) Preparación y tratamiento de una composición de fosfato polimerizable

35

Un recipiente de reacción que tenía una capacidad de 1000 ml, sumergido en agua fría, se cargó con 371,5 g de metacrilato de 2-hidroxietilo, 50,5 g de ácido fosfórico al 75% y 0,1 g de éter monometílico de hidroquinona. La mezcla se agitó durante 0,5 h y se cargaron 178 g de pentóxido de fósforo (contenido efectivo; 98,5 %) de 55 a 60 °C durante 1 h, hasta que se terminó la adición, de forma que se mantuviera el sistema de reacción a 60 °C o menos. La relación definida por la fórmula (I) anterior era 3,0. Después, la mezcla se calentó a 80°C y se hizo reaccionar durante 5 h. Después de confirmarse que la cantidad de metacrilato de 2-hidroxietilo era 1 % o menos por cromatografía de líquidos de alto rendimiento, la mezcla de reacción se enfrió. En el producto, la concentración total de estructura de monoéster, estructura de diéster y estructura de triéster del fosfato polimerizable y estructura de diéster del etilenglicol era 73,0 % en peso. Aquí, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona, que era un inhibidor de polimerización en este producto, se midió por RMN ¹H, y como resultado, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona contenida era 0,03% en peso.

40

45

Ejemplo de ensayo 1-1

50

Se añadieron 0,6 g (0,1% en peso, basado en el peso del fosfato polimerizable) de éter monometílico de hidroquinona (indicado por MEHQ en la tabla 2) al producto para hacer una composición que incluía el fosfato polimerizable y el inhibidor de polimerización, que después se almacenó en un baño con termostato a 80 °C durante 24 h. La composición después de almacenamiento se analizó usando RMN de ³¹P y cromatografía de gases, en las mismas condiciones que antes, para calcular la relación de composición. Además, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona, que era un inhibidor de polimerización en este producto, se midió por RMN ¹H, y como resultado, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona contenido era 0,06% en peso.

55

Ejemplo de ensayo 1-2

5 La relación de composición de una composición almacenada sin añadir éter monometílico de hidroquinona al producto de reacción obtenido, se calculó de la misma forma que antes. Además, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona, que era un inhibidor de polimerización en este producto, se midió por RMN ^1H , y como resultado, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona contenida era 0,01% en peso.

10 En este caso, las relaciones de composición son los valores cuando el total de estructura de monoéster, estructura de diéster y estructura de triéster y estructura de diéster de etilenglicol se ajustaba a 100% (relación en peso).

Ejemplo de ensayo 2

15 (I) Preparación y tratamiento de una composición de fosfato polimerizable

Un recipiente de reacción que tenía una capacidad de 1000 ml, sumergido en agua fría, se cargó con 371,5 g de metacrilato de 2-hidroxietilo, 50,5 g de ácido fosfórico al 75% y 0,1 g de éter monometílico de hidroquinona. La mezcla se agitó durante 0,5 h y se cargaron 178 g de pentóxido de fósforo (contenido efectivo; 98,5 %) de 55 a 60 °C durante 1 h, hasta que se terminó la adición, de forma que se mantuviera el sistema de reacción a 60 °C o menos. La relación definida por la fórmula (I) anterior era 3,0. Después, la mezcla se calentó a 80 °C y se hizo reaccionar durante 5 h. Después de confirmarse que la cantidad de metacrilato de 2-hidroxietilo era 1% o menos por cromatografía de líquidos de alto rendimiento, la mezcla de reacción se enfrió. En el producto, la concentración total de estructura de monoéster, estructura de diéster y estructura de triéster del fosfato polimerizable y estructura de diéster del etilenglicol era 73,0 % en peso. Aquí, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona, que era un inhibidor de polimerización en este producto, se midió por RMN ^1H , y como resultado, la cantidad de éter monometílico de la hidroquinona contenida era 0,03% en peso.

Ejemplo de ensayo 2-1

30 Se añadieron 0,6 g (0,1% en peso, basado en el peso del fosfato polimerizable) de hidroquinona (indicado por HQ en la tabla 2) al producto obtenido para hacer una composición que incluía el fosfato polimerizable y el inhibidor de polimerización, que después se almacenó en un baño con termostato a 80 °C durante 24 h. La composición después del almacenamiento se analizó usando RMN de ^{31}P y cromatografía de gases, en las mismas condiciones que antes, para calcular la relación de composición. Además, las cantidades de hidroquinona y de éter monometílico de hidroquinona, que eran inhibidores de polimerización en esta composición, se midieron por RMN ^1H , y como resultado, la cantidad de éter monometílico de hidroquinona contenida era 0,07% en peso.

Ejemplo de ensayo 2-2

40 La relación de composición de una composición almacenada sin añadir hidroquinona al producto de reacción obtenido, se calculó de la misma forma que antes. Los resultados se muestran en la tabla 2. Además, la cantidad de inhibidor de polimerización en este producto se midió por RMN ^1H , y como resultado, el éter monometílico de hidroquinona añadido primero se encontraba en una cantidad de 0,01% en peso.

45 En este caso, las relaciones de composición son los valores cuando el total de estructura de monoéster, estructura de diéster y estructura de triéster y estructura de diéster de etilenglicol se ajustaba a 100% (relación en peso).

Tabla 2

		Justo después de producido	Después de almacenamiento			
			Ejemplo de ensayo 1-1	Ejemplo de ensayo 1-2	Ejemplo de ensayo 2-1	Ejemplo de ensayo 2-2
			Se añade MEHQ	No se añade MEHQ	Se añade HQ	No se añade HQ
Relación de composición (% en peso)	Estructura de monoéster	59,4	60,3	48,5	59,7	47,9
	Estructura de diéster	28,3	27,8	29,9	28,4	30,7
	Estructura de triéster	1,9	2,1	4,1	1,8	4,4
	Estructura de diéster de etilenglicol	10,4	9,8	17,5	10,1	17,0
	Total	100	100	100	100	100

5 Cuando los ejemplos de ensayo 1-1 y 2-1 en los que se añadió la hidroquinona al producto obtenido se comparan con los ejemplos de ensayo 1-2 y 2-2 en los que no se añadió la hidroquinona, el contenido de estructura de monoéster es mayor en los ejemplos de ensayo 1-1 y 2-1 que en los ejemplos de ensayo 1-2 y 2-2. Se deduce que la razón es que la adición de la hidroquinona produce el resultado de que la descomposición está limitada. Entonces, se considera que un cambio en la composición del fosfato polimerizable durante el almacenamiento se puede suprimir y se puede desarrollar establemente la dispersabilidad del polímero usando el fosfato polimerizable en un polvo inorgánico.

Ejemplo 4

15 Un matraz de 4 bocas que tenía una capacidad de 1000 ml, que se había preparado previamente, se cargó con 246 g de agua y la atmósfera en el matraz se sustituyó por nitrógeno mientras se agitaba el agua para aumentar la temperatura en el matraz a 80 °C en atmósfera de nitrógeno. Después, un matraz de 4 bocas que tenía una capacidad de 1000 ml, que se había preparado previamente, se cargó con 246 g de agua y la atmósfera en el matraz se sustituyó por nitrógeno mientras se agitaba el agua para aumentar la temperatura en el matraz a 80 °C en atmósfera de nitrógeno. Después, 27,9 g de la composición de fosfato polimerizable anterior (producto en el que se añadió MEHQ) obtenido en el ejemplo de ensayo 1-1 mostrado en la tabla 2 y mantenido a la temperatura anterior como estaba después de tratamiento de almacenamiento, se pesó en un vaso de precipitados y después se añadieron a una disolución preparada mezclando y disolviendo 55 g de monometacrilato de ω -metoxipoli-etilenglicol (número de moles de óxido de etileno añadidos: 23) y 2,2 g de mercaptopropiona en 55 g de agua de intercambio iónico. Se cargaron 27,1 g (de 27,9 g) de la composición de fosfato polimerizable anterior (la viscosidad cuando se cargó era 180 mPa.s). Esta disolución preparada y una disolución preparada disolviendo 3,76 g de persulfato amónico en 45 g de agua se añadieron respectivamente gota a gota en el matraz a lo largo de 1,5 h. El pH del sistema de reacción durante la reacción era 1,3. Después de envejecer la disolución de la reacción durante 1 h, se añadió gota a gota una disolución obtenida disolviendo 1,88 g de persulfato amónico en 15 g de agua a la mezcla de reacción, a lo largo de 30 min. Después, la disolución de la reacción se envejeció a 80°C durante 2 h. Después de 30 terminar el envejecimiento, se añadió una disolución de hidróxido sódico al 20% para ajustar la disolución a pH 5,5, obteniendo así un copolímero. Cuando se midió el peso molecular del copolímero obtenido, el peso molecular medio ponderado del copolímero era 29.000.

35 Aquí, la composición de fosfato polimerizable anterior (producto en el que no se añadió MEHQ) obtenido en el ejemplo de ensayo 1-2 mostrado en la tabla 2 y mantenida a la temperatura anterior como estaba después de tratamiento de almacenamiento, se usó para producir un copolímero, y como resultado, el peso molecular medio ponderado era 27.000. En este momento, se obtuvo un polímero en las mismas condiciones de polimerización que antes, excepto que se cargaron 27,1 g (de 27,9 g) de la composición de fosfato polimerizable anterior (la viscosidad cuando se cargó era 180 mPa.s).

Ejemplo 5

45 Un recipiente de reacción que tenía una capacidad de 1000 ml, sumergido en agua fría, se cargó con 371,5 g de metacrilato de 2-hidroxietilo, 50,5 g de ácido fosfórico al 75% y 0,1 g de éter monometílico de hidroquinona. La mezcla se agitó durante 0,5 h y se cargaron 178 g de pentóxido de fósforo de 55 a 60 °C durante 5 h, hasta que se terminó la adición, de forma que se mantuviera el sistema de reacción a 60 °C o menos. La relación definida por la fórmula (I) anterior era 3,0. Después, la mezcla se calentó a 80°C y se hizo reaccionar durante 3 h. El contenido de ácidos metacrílicos producidos por hidrólisis del producto obtenido se midió cuantitativamente por cromatografía de líquidos de alto rendimiento, y como resultado, el contenido era 0,4%. En lo sucesivo, se obtuvo un polímero de 50 fosfato de la misma forma que en la etapa (II) del ejemplo 1. El peso molecular del polímero obtenido se midió por GPC para encontrar que el peso molecular medio ponderado era 28.000.

Ejemplo 6

Un recipiente de reacción que tenía una capacidad de 1000 ml, sumergido en agua fría, se cargó con 371,5 g de metacrilato de 2-hidroxietilo, 22,7 g de agua y 0,1 g de éter monometílico de hidroquinona. La mezcla se agitó durante 0,5 h y se cargaron 210 g de pentóxido de fósforo (contenido efectivo: 98,5 %) a una temperatura que no excediera 60 °C durante 5 h, hasta que se terminó la adición. La relación definida por la fórmula (I) anterior era 3,0. Después, la mezcla se calentó a 80°C y se hizo reaccionar durante 3 h. El contenido de ácidos metacrílicos producidos por hidrólisis del producto obtenido se midió cuantitativamente por cromatografía de líquidos de alto rendimiento, y como resultado, el contenido era 6,5%. En lo sucesivo, se obtuvo un polímero de fosfato de la misma forma que en la etapa (II) del ejemplo 1. El peso molecular del polímero obtenido se midió por GPC para encontrar que el peso molecular medio ponderado era 26.000.

Ejemplo 7

Un recipiente de reacción de vidrio (matraz de 4 bocas) equipado con un agitador, se cargó con 366 g de agua y la atmósfera en el recipiente se sustituyó por nitrógeno mientras se agitaba el agua para aumentar la temperatura en el matraz a 80 °C en atmósfera de nitrógeno. Después, 72,6 g de la composición de fosfato polimerizable anterior (una almacenada a 80 °C durante 24 h después de añadir éter monometílico de hidroquinona) usado en la etapa (II) del ejemplo 1, se pesó y se añadió a un vaso de precipitados a 80 °C (viscosidad: 180 mPa.s), y después se añadieron en y se mezclaron con una disolución preparada mezclando y disolviendo 450 g (componente efectivo: 60,8 %, contenido de agua: 35%) de monometacrilato de ω -metoxipoliethylenglicol (número medio de moles de óxido de etileno añadidos: 23) y 4,5 g de ácido 3-mercaptopropiónico. Se cargaron 71,6 g (de 72,6 g) de la composición de fosfato polimerizable anterior. Tanto esta disolución preparada como una disolución preparada disolviendo 8,4 g de persulfato amónico en 48 g de agua, se añadieron respectivamente gota a gota en el matraz a lo largo de 1,5 h. El pH de la disolución de la reacción durante la reacción era 1,4. Después de envejecer la disolución de la reacción durante 1 h, se añadió gota a gota una disolución obtenida disolviendo 1,8 g de persulfato amónico en 10 g de agua a la mezcla de reacción, a lo largo de 30 min. Después, la disolución de la reacción se envejeció a la misma temperatura (80 °C) durante 1,5 h. El pH de la disolución de la reacción era 1,3. Después de terminar el envejecimiento, se añadió una disolución de hidróxido sódico al 32 % para ajustar la disolución a pH 5,5, obteniendo así un polímero de fosfato (disolución de polímero). Cuando el peso molecular del polímero obtenido se midió por GPC, el peso molecular medio ponderado del polímero era 35.000.

Ejemplo comparativo 2

Un recipiente de reacción de vidrio (matraz de 4 bocas) equipado con un agitador, se cargó con 366 g de agua y la atmósfera en el recipiente se sustituyó por nitrógeno mientras se agitaba el agua para aumentar la temperatura en el matraz a 80 °C en atmósfera de nitrógeno. Después, 72,6 g de la composición de fosfato polimerizable anterior (una almacenada a 80°C durante 24 h después de añadir éter monometílico de hidroquinona) usado en la etapa (II) del ejemplo 1, se enfriaron a 25 °C (viscosidad: 2350 mPa.s) y se pesaron en un vaso de precipitados, y después se añadieron a una disolución preparada mezclando y disolviendo 450 g (componente efectivo: 60,8 %, contenido de agua: 35 %) de monometacrilato de ω -metoxipoliethylenglicol (número medio de moles de óxido de etileno añadidos: 23) y 4,5 g de ácido mercaptopropiónico, seguido de mezclado. Se cargaron 50,1 g (de 72,6 g) de la composición de fosfato polimerizable anterior. Tanto esta disolución preparada como una disolución preparada disolviendo 8,4 g de persulfato amónico en 48 g de agua se añadieron respectivamente gota a gota en el matraz a lo largo de 1,5 h. El pH de la disolución de la reacción era 1,4. Después de envejecer la disolución de la reacción durante 1 h, se añadió gota a gota una disolución obtenida disolviendo 1,8 g de persulfato amónico en 10 g de agua a la mezcla de reacción, a lo largo de 30 min. Después, la disolución de la reacción se envejeció a la misma temperatura (80°C) durante 1,5 h. El pH de la disolución de la reacción era 1,3. Después de terminar el envejecimiento, se añadió una disolución de hidróxido sódico al 32 % para ajustar la disolución a pH 5,5, obteniendo así un polímero de fosfato. Cuando el peso molecular del polímero obtenido se midió por GPC, el peso molecular medio ponderado del polímero era 27.000.

Ejemplo de ensayo 3 y ejemplo de ensayo comparativo 3

Usando los copolímeros obtenidos en los ejemplos 1 y 7 y ejemplo comparativo 2, se hizo un ensayo para formulaciones de mortero mostradas en la tabla 3. Los resultados se muestran en la tabla 4. La evaluación se hizo para la dispersabilidad y viscosidad de la siguiente forma.

(1) Formulación de mortero

60 Tabla 3

W/C (%)	Cantidad unitaria (g/lote)		
	W	C	S
40	160	400	700

Los materiales para usar en la tabla 3 son los siguientes:

C: (mezcla (1:1) de cementos Portland comunes fabricados por Taiheiyo Cement Corporation y Sumitomo Osaka Cement Co., Ltd.)

W: agua de intercambio iónico

S: arena de hoyo de Kimitsu, prefectura de Chiba (producto pasado por un tamiz que tiene aberturas de 3,5 mm)

5 W/C: porcentaje en peso (% en peso) de agua (W) a cemento (C)

(2) Preparación de mortero

S de la tabla 2 se vertió en un recipiente (vaso de precipitados de acero inoxidable de 1 litro: diámetro interno 120 mm) en una cantidad de aproximadamente la 1/2 de la cantidad de la formulación, después se vertió C y también se vertió el resto de S. Como agitador, se usó un agitador (marca registrada: Z-2310, fabricado por EYELA TOKYO RIKAKIKAI Co., LTD., barra agitadora: altura 50 mm, diámetro interno 5 mm × 6 barras/longitud 110 mm) para llevar a cabo el mezclamiento en seco a 200 rpm durante 25 s. Después, se vertió una disolución mezclada del polímero y agua que se había mezclado previamente, en un recipiente a lo largo de 5 s y los materiales adheridos a la superficie de la pared y los materiales existentes entre las barras agitadoras se rasparon durante 30 s después del vertido, se añadió agua al recipiente y después la mezcla se amasó durante 3 min para preparar el mortero. Se añadió un agente antiespumante de acuerdo con la necesidad para ajustar la mezcla de modo que la cantidad de aire ocluido era 2% o menos.

20 (3) Evaluación

(3-1) Dispersabilidad

Se usó un cono que tenía una abertura superior de 70 mm de diámetro, una abertura inferior de 100 mm de diámetro y una altura de 60 mm, para evaluar la dispersabilidad de cada mortero a 20°C, añadiendo la cantidad (% en peso basado en el cemento, mostrado en la tabla por %) del copolímero necesaria para conseguir un valor de flujo del mortero de 200 mm. Este valor de flujo del mortero (200 mm) es un valor medio de un valor máximo del valor del flujo del mortero y un valor de flujo de mortero medido usando un segmento rectilíneo que tiene una longitud de la 1/2 de la del segmento rectilíneo en una dirección perpendicular a la dirección en la que se obtiene el valor de flujo máximo. Cuanto menor es la cantidad añadida del copolímero, mayor es la dispersabilidad.

(3-2) Viscosidad

Se conectó un registrador a un dispositivo de ensayo del momento de torsión mostrado en la figura 1, para medir el momento de torsión del mortero. La viscosidad del mortero se calculó a partir del momento de torsión del mortero basado en la expresión de relación de momento de torsión-viscosidad de un polietilenglicol (PM: 20.000) mostrado en la figura 2. Cuando se llevó a cabo la fórmula de la expresión de relación de momento de torsión-viscosidad del polietilenglicol, el registrador registró el voltaje de salida del momento de torsión (mV) en las siguientes condiciones, salida del monitor 60 W y señal de salida DC-0-5 V.

40

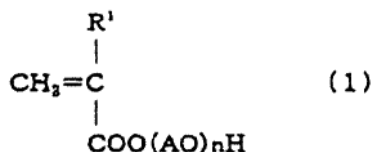
Tabla 4

	Copolímero	Dispersabilidad %	Viscosidad del mortero (mPa.s)
Ejemplo de ensayo 3-1	Ejemplo 1	0,11	2770
Ejemplo de ensayo 3-2	Ejemplo 7	0,10	2770
Ejemplo de ensayo 3	Ejemplo comparativo 2	0,18	2950

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de producción de un polímero de fosfato, que comprende las siguientes etapas (I) y (II):

5 Etapa (I): una etapa que comprende añadir un agente fosfatante (2) y un inhibidor de polimerización a un sistema de reacción que comprende un compuesto hidroxílico orgánico (1) representado por la siguiente fórmula (1), para hacer reaccionar el compuesto hidroxílico orgánico (1) con el agente fosfatante (2), y producir un fosfato polimerizable, en la que el compuesto hidroxílico orgánico (1) y el agente fosfatante (2) se usan en condiciones tales que el valor de la
10 siguiente ecuación (I) es de 2,0 a 4,0, y el sistema de reacción se mantiene a una temperatura de 40 °C a 75 °C desde el inicio de la adición del agente fosfatante (2) hasta acabar la adición del agente fosfatante (2):



15 en el que, R¹ representa un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, A representa un grupo alquileo que tiene de 2 a 12 átomos de carbono y n indica un número de 0,1 a 20 de media;

$$\frac{\left(\begin{array}{l} \text{El número de moles de agua que} \\ \text{contiene } n(\text{H}_2\text{O}), \text{ incluidos en el} \\ \text{agente fosfatante representado} \\ \text{por } \text{P}_2\text{O}_5 \cdot n(\text{H}_2\text{O}) \end{array} \right) + \left(\begin{array}{l} \text{El número de moles de un} \\ \text{compuesto hidroxílico o orgánico} \end{array} \right)}{\text{(el número de moles del agente fosfatante basado en } \text{P}_2\text{O}_5 \text{)}} \quad (I)$$

20 Etapa (II): se calienta la composición de fosfato polimerizable que se obtiene en la etapa (I) y contiene el fosfato polimerizable y el inhibidor de polimerización de 40 °C a 100 °C, y se añade la composición calentada a un sistema de reacción para polimerizar el fosfato polimerizable o copolimerizar el fosfato polimerizable con un monómero copolimerizable con el fosfato polimerizable, y así se produce un polímero de fosfato, en la que la (co)polimerización
25 se lleva a cabo en presencia de un agente de transferencia de cadena y por polimerización en disolución en un disolvente de tipo acuoso.

2. El procedimiento de producción de la reivindicación 1, en el que la polimerización del fosfato polimerizable o la polimerización del fosfato polimerizable y el monómero copolimerizable con el fosfato
30 polimerizable se lleva a cabo a un pH de 7 o menos en la etapa (II).

3. El procedimiento de producción de las reivindicaciones 1 ó 2, en el que el tiempo considerado desde el inicio al final de la adición del agente fosfatante (2) al sistema de reacción en la etapa (I) está dentro de 20 h.

35 4. El procedimiento de producción de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el compuesto hidroxílico orgánico (1) usado en la etapa (I) es un aducto de óxido de alquileo con un ácido metacrílico o ácido acrílico (el óxido de alquileo tiene de 2 a 12 átomos de carbono y el número medio de moles de óxido de alquileo añadidos es de 0,1 a 20).

40 5. El procedimiento de producción de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el agente fosfatante (2) usado en la etapa (I) es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en pentóxido de fósforo, ácido fosfórico y ácido polifosfórico.

6. El procedimiento de producción de la reivindicación 5, en el que el agente fosfatante es una
45 combinación de ácido ortofosfórico y pentóxido de fósforo.

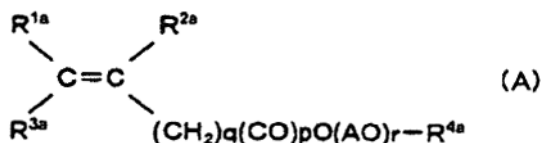
7. El procedimiento de producción de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el inhibidor de la polimerización usado en la etapa (I) y/o la etapa (II) es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un compuesto aromático de tipo quinona y un compuesto de tipo nitrosamina.

50 8. El procedimiento de producción de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el fosfato polimerizable usado en la etapa (II) es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en fosfato de 2-metacrililoiloxietilo y fosfato de 2-acrililoiloxietilo.

9. El procedimiento de producción de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la composición de fosfato polimerizable usada en la etapa (II) comprende el inhibidor de polimerización en una cantidad de 0,1 a 10% en peso.

5 10. El procedimiento de producción de la reivindicación 9, que comprende una etapa de adición para compensar el inhibidor de polimerización consumido antes de la etapa (II).

11. El procedimiento de producción de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el monómero polimerizable con el fosfato polimerizable usado en la etapa (II) es un monómero representado por la
10 siguiente fórmula (A):



en la que, R^{1a} y R^{2a} representan respectivamente un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 5
15 átomos de carbono, y R^{3a} representa un átomo de hidrógeno o $-(CH_2)_q(CO)_pO(AO)_rR^{4a}$, en el que AO representa un grupo oxialquileo que tiene de 2 a 4 átomos de carbono o un grupo oxiestireno, p indica un número 0 ó 1, q indica un número de 0 a 2, r indica el número medio de moles añadidos de AO e indica un número de 3 a 300, y R^{4a} representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 18 átomos de carbono.

20 12. Una composición de polímero de fosfato que comprende el polímero de fosfato obtenido en el procedimiento de producción de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11.

13. Un dispersante en polvo que comprende la composición de polímero de fosfato de la reivindicación 12.

25 14. Un material para un dispersante de cemento, que comprende la composición de polímero de fosfato de la reivindicación 12.

15. Un procedimiento de producción de un dispersante de cemento, que comprende añadir la composición de polímero de fosfato como se define en la reivindicación 12 a una composición hidráulica.

30

Fig.1

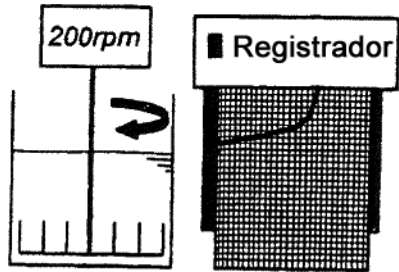


Fig.2

