



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107033326 A

(43)申请公布日 2017.08.11

(21)申请号 201710337133.1

C08K 3/34(2006.01)

(22)申请日 2017.05.14

C09K 8/42(2006.01)

(71)申请人 高昕文

地址 213116 江苏省常州市天宁区红梅街
道解放村委采菱村222号

(72)发明人 高昕文 王艳芹 孙冬

(74)专利代理机构 北京风雅颂专利代理有限公司 11403

代理人 马骁

(51)Int.Cl.

C08G 18/76(2006.01)

C08G 18/48(2006.01)

C08K 9/06(2006.01)

C08K 9/02(2006.01)

C08K 9/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种双组份矿用注浆材料的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种双组份矿用注浆材料的制备方法,属于加固材料制备技术领域。本发明先将高岭土颗粒球磨过筛后高温活化处理,冷却收集得活化高岭土粉末,随后将盐碱土研磨过筛后与去离子水加热并离心分离,收集上层清液与活化高岭土粉末等混合超声分散,制备得组份A,再选取聚醚330N真空干燥后与甲苯二异氰酸酯加热,再滴加4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯进行超声分散,收集得组份B,最后在使用时将组份A与组份B在室温下搅拌混合,即可制备得双组份矿用注浆材料,本发明制得的矿用注浆材料具有粘度低、流动性好、凝结时间短的特点,且固化后7天抗折强度达28~32MPa,抗压强度达46~52MPa,能起到较好的防渗堵漏作用。

1. 一种双组份矿用注浆材料的制备方法,其特征在于具体制备步骤为:

(1) 取高岭土球磨,过250目筛,得高岭土粉末,将高岭土粉末高温活化处理2~3h后,静置冷却至室温,得活化高岭土粉末;

(2) 收集盐碱土,研磨并过50目筛,得盐碱土颗粒,将盐碱土颗粒与去离子水混合,经水浴加热后,静置冷却至室温后,离心分离并收集上层清液,得激发改性液;

(3) 按重量份数计,分别称量45~50份激发改性液、10~15份活化高岭土粉末和2~3份 γ -氨丙基三乙氧基硅烷混合,加热搅拌并超声分散10~15min,静置冷却至室温后得组份A;

(4) 取聚醚330N真空干燥得干燥聚醚330N,将甲苯二异氰酸酯与干燥聚醚330N搅拌混合并置于三口烧瓶中,水浴加热后再向三口烧瓶中滴加干燥聚醚330N质量25%的4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯;

(5) 待滴加完成后,超声分散并水浴加热1~2h,静置冷却至室温得组份B,在使用时,将组份A与组份B在室温下搅拌混合,即可制备得一种双组份矿用注浆材料。

2. 根据权利要求1所述的一种双组份矿用注浆材料的制备方法,其特征在于:步骤(1)所述的活化温度为150~200℃。

3. 根据权利要求1所述的一种双组份矿用注浆材料的制备方法,其特征在于:步骤(2)所述的盐碱土为中度盐碱地盐碱土。

4. 根据权利要求1所述的一种双组份矿用注浆材料的制备方法,其特征在于:步骤(2)所述的盐碱土颗粒与去离子水混合比例为质量比1:10。

5. 根据权利要求1所述的一种双组份矿用注浆材料的制备方法,其特征在于:步骤(4)所述的甲苯二异氰酸酯与干燥聚醚330N混合比例为质量比1:10。

6. 根据权利要求1所述的一种双组份矿用注浆材料的制备方法,其特征在于:步骤(4)所述的4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯滴加时间控制在10~15min。

7. 根据权利要求1所述的一种双组份矿用注浆材料的制备方法,其特征在于:步骤(5)所述的组份A和组份B混合比例为质量比1:3。

一种双组份矿用注浆材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明公开了一种双组份矿用注浆材料的制备方法,属于加固材料制备技术领域。

背景技术

[0002] 煤岩体巷道在开采和掘进过程中,一般存在以下安全问题:①在煤岩体严重破碎地段,巷道顶煤和部分直接顶在全巷道宽度上冒落,片帮深度大,施工难度大,安全状况差,易造成事故;②巷道顶部冒落后形成空洞,积存大量瓦斯,给通风和瓦斯管理带来很多困难,存在事故隐患;③在冒落空洞内施工木垛勾顶作业极其危险,局部施工的木垛接顶效果差或不接顶,支架因顶梁空支处于失稳状态,在迎头冒顶时,易造成支架砸坏或推垮。而对破碎煤岩进行有效处理,通常的处理方法一种是增加支护材料,另一种就是注水泥浆。增加支护材料对采煤支架的移动带来很大的影响,又不能从根本上解决冒顶问题;水泥浆又因其可注性差等工程性质影响,而达不到注浆加固效果。

[0003] 化学注浆技术是现代工程中一种不可或缺的基础加固、防渗堵漏、修复混凝土缺陷的先进技术。它是将一定的化学材料(无机或有机材料)配制成低黏度的溶液,用化学灌浆泵(单液泵或双液泵)、简易手掀泵等压送设备将其灌入地层或缝隙内,以增加地层强度、降低渗透性、防止地层变形和增加混凝土密实性。聚氨酯注浆材料是应用于水利、水电、隧道、地铁、矿山、人防、工业及民用建筑等工程中起防渗、堵漏、加固作用的重要注浆材料。通过多年的工程应用和筛选,目前在煤矿注浆加固技术中使用的聚氨酯系列注浆材料主要有两大类,一类是单组分注浆材料,由聚醚和多异氰酸酯预聚成含有一定游离异氰酸酯基基团的预聚体,然后根据需要加入溶剂、催化剂、表面活性剂等组成化学浆液,通过单液泵即可进行注浆;另一类是双组份注浆材料,一组份是以聚醚为主的多羟基化合物,另一组份是多异氰酸酯化合物,通过双组分注浆泵在施工部位进行混合。

[0004] 然而,无论是哪一种注浆材料,都存在粘度较高,流动性差的问题,只适合于破碎煤体工作面迎头局部短距离($<5\text{m}$)的注射注浆,不适合在回风巷和进风巷的长钻孔注浆,针对大工作面的整体注浆,其加固效果大大受到限制,且现有注浆材料存在易燃、易爆的潜在危险,容易点燃煤层或其它井下易燃物,形成井下火灾。所以,寻找新注浆达到加固煤岩具有重要的研究意义。

发明内容

[0005] 本发明主要解决的技术问题:针对现有的矿用注浆材料粘度较高,流动性差的缺陷,提供了一种双组份矿用注浆材料的制备方法。

[0006] 为了解决上述技术问题,本发明所采用的技术方案是:

(1)取高岭土球磨,过250目筛,得高岭土粉末,将高岭土粉末高温活化处理2~3h后,静置冷却至室温,得活化高岭土粉末;

(2)收集盐碱土,研磨并过50目筛,得盐碱土颗粒,将盐碱土颗粒与去离子水混合,经水

浴加热后,静置冷却至室温后,离心分离并收集上层清液,得激发改性液;

(3)按重量份数计,分别称量45~50份激发改性液、10~15份活化高岭土粉末和2~3份 γ -氨丙基三乙氧基硅烷混合,加热搅拌并超声分散10~15min,静置冷却至室温后得组份A;

(4)取聚醚330N真空干燥得干燥聚醚330N,将甲苯二异氰酸酯与干燥聚醚330N搅拌混合并置于三口烧瓶中,水浴加热后再向三口烧瓶中滴加干燥聚醚330N质量25%的4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯;

(5)待滴加完成后,超声分散并水浴加热1~2h,静置冷却至室温得组份B,在使用时,将组份A与组份B在室温下搅拌混合,即可制备得一种双组份矿用注浆材料。

[0007] 步骤(1)所述的活化温度为150~200℃。

[0008] 步骤(2)所述的盐碱土为中度盐碱地盐碱土。

[0009] 步骤(2)所述的盐碱土颗粒与去离子水混合比例为质量比1:10。

[0010] 步骤(4)所述的甲苯二异氰酸酯与干燥聚醚330N混合比例为质量比1:10。

[0011] 步骤(4)所述的4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯滴加时间控制在10~15min。

[0012] 步骤(5)所述的组份A和组份B混合比例为质量比1:3。

[0013] 本发明的有益效果是:

本发明通过对中度盐碱地盐碱土进行浸出处理,由于中度盐碱地pH为8.5~9.5,其内部含有大量水溶性碱性盐,通过收集浸出液作为注浆胶凝材料的碱激发剂,通过该碱激发剂与高岭土反应作用,使混合物料中Si-O,Al-O键在碱性激发剂作用下断裂以及再重组,形成凝胶聚合物,凝胶聚合物反应生成凝O-Si-O-Al-O三维网络状结构的无机聚合大分子,降低无机聚合大分子间二级氢键形成率,使得无机聚合物分子可以自由转动,进而降低了注浆材料粘度,从而提高注浆材料流动性能,完全满足煤岩体堵水加固的使用和安全要求,同时本发明制得注浆材料与煤层粘合力优、固结体强度高,是一种理想的矿用堵水加固用化学注浆材料。

具体实施方式

[0014] 取高岭土颗粒置于球磨罐中,在250~300r/min条件下球磨3~5h,过250目筛,得高岭土粉末并置于150~200℃马弗炉中高温活化处理2~3h,待活化完成后,静置冷却至室温,得活化高岭土粉末,收集中度盐碱地盐碱土,将其置于研钵中研磨并过50目筛,得盐碱土颗粒,按质量比1:10,将盐碱土颗粒与去离子水混合并置于45~50℃下水浴加热3~5h,待水浴加热完成后,静置冷却至室温,在4500~5500r/min下离心分离并收集上层清液,制备得激发改性液,再按重量份数计,分别称量45~50份激发改性液、10~15份活化高岭土粉末和2~3份 γ -氨丙基三乙氧基硅烷置于烧杯中,在45~50℃下水浴加热并搅拌混合25~30min,再在200~300W下超声分散10~15min,停止加热并静置冷却至室温,制备得组份A,再选取聚醚330N并将其置于110~120℃下真空干燥2~3h,静置冷却至室温后,收集干燥后的聚醚330N,按质量比1:10,将甲苯二异氰酸酯与干燥后的聚醚330N搅拌混合并置于三口烧瓶中,将三口烧瓶置于55~65℃下水浴加热3~5h,待水浴加热完成后,再对三口烧瓶滴加干燥后的聚醚330N质量25%的4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯,控制滴加时间为10~15min,待滴加完成后,在200~300r/min下超声分散10~15min后,在75~80℃下水浴加热1~2h,

停止加热并静置冷却至室温,收集得组份B,最后在使用时,按质量比1:3,将组份A与组份B在室温下搅拌混合,即可制备得一种双组份矿用注浆材料。

[0015] 实例1

取高岭土颗粒置于球磨罐中,在250r/min条件下球磨3h,过250目筛,得高岭土粉末并置于150℃马弗炉中高温活化处理2h,待活化完成后,静置冷却至室温,得活化高岭土粉末,收集中度盐碱地盐碱土,将其置于研钵中研磨并过50目筛,得盐碱土颗粒,按质量比1:10,将盐碱土颗粒与去离子水混合并置于45℃下水浴加热3h,待水浴加热完成后,静置冷却至室温,在4500r/min下离心分离并收集上层清液,制备得激发改性液,再按重量份数计,分别称量45份激发改性液、10份活化高岭土粉末和2份 γ -氨丙基三乙氧基硅烷置于烧杯中,在45℃下水浴加热并搅拌混合25min,再在200W下超声分散10min,停止加热并静置冷却至室温,制备得组份A,再选取聚醚330N并将其置于110℃下真空干燥2h,静置冷却至室温后,收集干燥后的聚醚330N,按质量比1:10,将甲苯二异氰酸酯与干燥后的聚醚330N搅拌混合并置于三口烧瓶中,将三口烧瓶置于55℃下水浴加热3h,待水浴加热完成后,再对三口烧瓶滴加干燥后的聚醚330N质量25%的4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯,控制滴加时间为10~15min,待滴加完成后,在200r/min下超声分散10min后,在75℃下水浴加热12h,停止加热并静置冷却至室温,收集得组份B,最后在使用时,按质量比1:3,将组份A与组份B在室温下搅拌混合,即可制备得一种双组份矿用注浆材料。

[0016] 首先将搅拌混合均匀的本发明制得的双组份低粘度高流动性矿用注浆材料用注浆泵在0.5MPa的泵压下压入做好封闭措施的煤岩层裂缝中,待全部裂缝填充完成后,使注浆材料在20℃下静置固化即可。经检测,本发明制得的双组份低粘度高流动性矿用注浆材料粘度为10mPa·s,初始流动度为14s,粘度较低、流动性较好,同时具有良好的体积稳定性,材料固化后的收缩率仅为0.012%,7天抗折强度达28MPa,抗压强度达46MPa,28天抗折强度达45MPa,抗压强度达74MPa,具有较好的填充加固作用。

[0017] 实例2

取高岭土颗粒置于球磨罐中,在250~300r/min条件下球磨3~5h,过250目筛,得高岭土粉末并置于150~200℃马弗炉中高温活化处理2~3h,待活化完成后,静置冷却至室温,得活化高岭土粉末,收集中度盐碱地盐碱土,将其置于研钵中研磨并过50目筛,得盐碱土颗粒,按质量比1:10,将盐碱土颗粒与去离子水混合并置于45~50℃下水浴加热3~5h,待水浴加热完成后,静置冷却至室温,在4500~5500r/min下离心分离并收集上层清液,制备得激发改性液,再按重量份数计,分别称量45~50份激发改性液、10~15份活化高岭土粉末和2~3份 γ -氨丙基三乙氧基硅烷置于烧杯中,在45~50℃下水浴加热并搅拌混合25~30min,再在200~300W下超声分散10~15min,停止加热并静置冷却至室温,制备得组份A,再选取聚醚330N并将其置于110~120℃下真空干燥2~3h,静置冷却至室温后,收集干燥后的聚醚330N,按质量比1:10,将甲苯二异氰酸酯与干燥后的聚醚330N搅拌混合并置于三口烧瓶中,将三口烧瓶置于55~65℃下水浴加热3~5h,待水浴加热完成后,再对三口烧瓶滴加干燥后的聚醚330N质量25%的4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯,控制滴加时间为10~15min,待滴加完成后,在250r/min下超声分散13min后,在78℃下水浴加热1h,停止加热并静置冷却至室温,得组份B,最后在使用时,按质量比1:3,将组份A与组份B在室温下搅拌混合,即可制备得一种双组份矿用注浆材料。

[0018] 首先将搅拌混合均匀的本发明制得的双组份矿用注浆材料用注浆泵在0.6MPa的泵压下压入做好封闭措施的煤岩层裂缝中,待全部裂缝填充完成后,使注浆材料在30℃下静置固化即可。经检测,本发明制得的双组份矿用注浆材料粘度为15mPa·s,初始流动度为156s,粘度较低、流动性较好,同时具有良好的体积稳定性,材料固化后的收缩率仅为0.015%,7天抗折强度达30MPa,抗压强度达49MPa,28天抗折强度达48MPa,抗压强度达80MPa,具有较好的填充加固作用。

[0019] 实例3

取高岭土颗粒置于球磨罐中,在300r/min条件下球磨5h,过250目筛,得高岭土粉末并置于200℃马弗炉中高温活化处理3h,待活化完成后,静置冷却至室温,得活化高岭土粉末,收集中度盐碱地盐碱土,将其置于研钵中研磨并过50目筛,得盐碱土颗粒,按质量比1:10,将盐碱土颗粒与去离子水混合并置于50℃下水浴加热5h,待水浴加热完成后,静置冷却至室温,在5500r/min下离心分离并收集上层清液,制备得激发改性液,再按重量份数计,分别称量50份激发改性液、15份活化高岭土粉末和3份 γ -氨丙基三乙氧基硅烷置于烧杯中,在50℃下水浴加热并搅拌混合30min,再在200~300W下超声分散15min,停止加热并静置冷却至室温,制备得组份A,再选取聚醚330N并将其置于120℃下真空干燥3h,静置冷却至室温后,收集干燥后的聚醚330N,按质量比1:10,将甲苯二异氰酸酯与干燥后的聚醚330N搅拌混合并置于三口烧瓶中,将三口烧瓶置于65℃下水浴加热5h,待水浴加热完成后,再对三口烧瓶滴加干燥后的聚醚330N质量25%的4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯,控制滴加时间为15min,待滴加完成后,在300r/min下超声分散15min后,在80℃下水浴加热2h,停止加热并静置冷却至室温,收集得组份B,最后在使用时,按质量比1:3,将组份A与组份B在室温下搅拌混合,即可制备得一种双组份矿用注浆材料。

[0020] 首先将搅拌混合均匀的本发明制得的双组份矿用注浆材料用注浆泵在0.7MPa的泵压下压入做好封闭措施的煤岩层裂缝中,待全部裂缝填充完成后,使注浆材料在40℃下静置固化即可。经检测,本发明制得的双组份矿用注浆材料粘度为20mPa·s,初始流动度为16s,粘度较低、流动性较好,同时具有良好的体积稳定性,材料固化后的收缩率仅为0.018%,7天抗折强度达32MPa,抗压强度达52MPa,28天抗折强度达52MPa,抗压强度达86MPa,具有较好的填充加固作用。