



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105399356 A

(43) 申请公布日 2016. 03. 16

(21) 申请号 201510772144. 3

(22) 申请日 2015. 11. 12

(71) 申请人 四川晋深新型建材科技有限公司
地址 621600 四川省德阳市盐亭县工业园区

(72) 发明人 陈建峰 崔永固 付海林 张亚莉

(74) 专利代理机构 北京方圆嘉禾知识产权代理有限公司 11385

代理人 董芙蓉

(51) Int. Cl.

C04B 24/26(2006. 01)

C04B 103/12(2006. 01)

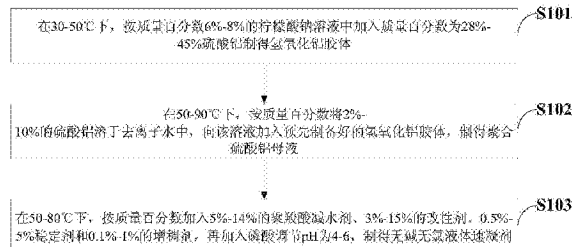
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种无碱无氯液体速凝剂的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种无碱无氯液体速凝剂的制备方法,所述液体速凝剂的原料配方为:硫酸铝 30% -55%,柠檬酸钠 6% -8%,聚羧酸减水剂 5% -14%,改性剂 3% -15%,稳定剂 0.5% -5%,增稠剂 0.1% -1%,磷酸调节 pH 值为 4-6,余量为水。本发明方法制备的速凝剂掺量为 4% -6%时,初凝时间为 1.5-3.0min,终凝时间为 5.0-6.0min,且 1d 抗压强度大于 10MPa,与空白砂浆试块相比 28d 抗压强度比达 100%。与传统速凝剂相比,本发明所制备的速凝剂能有效加速水泥浆料的凝结硬化,且与水泥有良好的适应性,后期强度高,体系性质稳定,粉尘浓度低,具有实际应用价值。



1. 一种无碱无氯液体速凝剂的制备方法,其特征在于,所述无碱无氯液体速凝剂的制备方法将聚乙二醇改性之后的膨润土引入液态速凝剂中。

2. 如权利要求 1 所述的无碱无氯液体速凝剂的制备方法,其特征在于,所述无碱无氯液体速凝剂的制备方法包括以下步骤:

步骤一,在 30-50℃下,按质量百分数 6% -8% 的柠檬酸钠溶液中加入质量百分数为 28% -45% 硫酸铝制得氢氧化铝胶体;

步骤二,在 50-90℃下,按质量百分数将 2% -10% 的硫酸铝溶于去离子水中,向该溶液加入预先制备好的氢氧化铝胶体,制得聚合硫酸铝母液;

步骤三,在 50-80℃下,按质量百分数加入 5% -14% 的聚羧酸减水剂、3% -15% 的改性剂、0.5% -5% 稳定剂和 0.1% -1% 的增稠剂,再加入磷酸调节 pH 为 4-6,制得无碱无氯液体速凝剂。

3. 如权利要求 2 所述的无碱无氯液体速凝剂的制备方法,其特征在于,所述改性剂为经聚乙二醇改性的膨润土。

4. 如权利要求 2 所述的无碱无氯液体速凝剂的制备方法,其特征在于,所述稳定剂为乳酸,三乙醇胺或二者的混合物。

5. 如权利要求 2 所述的无碱无氯液体速凝剂的制备方法,其特征在于,所述增稠剂为聚丙烯酰胺,纤维素或二者的混合物。

6. 如权利要求 1 所述的无碱无氯液体速凝剂的制备方法,其特征在于,所述改性剂的具体制备方法为:将粉碎,干燥后的膨润土加入去离子水搅拌,配制成质量分数为 15% -25% 的悬浊液,再向上述悬浊液中加入质量分数为 5% -12% 的聚乙二醇溶液混合均匀,在 70-90℃下反应 1-2h,经抽滤,烘干,研磨,制得改性膨润土。

7. 一种如权利要求 1-6 任意一项所述无碱无氯液体速凝剂的制备方法的无碱无氯液体速凝剂按照质量百分数包括:硫酸铝 30% -55%,柠檬酸钠 6% -8%,聚羧酸减水剂 5% -14%,改性剂 3% -15%,稳定剂 0.5% -5%,增稠剂 0.1% -1%,余量为水。

8. 一种使用如权利要求 1-7 任意一项所述无碱无氯液体速凝剂的制备方法制备无碱无氯液体速凝剂的喷射混凝土。

一种无碱无氯液体速凝剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于建筑材料技术领域,尤其涉及一种无碱无氯液体速凝剂的制备方法。

背景技术

[0002] 传统粉状速凝剂存在溶解速度慢,不易分散等缺点,且仅能应用于干喷工艺施工。同时,大部分粉状速凝剂含有强碱性物质,易对施工工人眼睛和皮肤造成伤害,且易导致混凝土强度降低、表面开裂、剥落甚至坍塌。研究显示,粉状速凝剂 28d 抗压强度保留率一般为 65% 左右,严重制约了其在水利、隧道等工程上的应用。近年来,湿法喷射技术的不断发展加快了湿法喷射混凝土的广泛使用。湿法喷射混凝土常用的液体速凝剂主要有碱性液体速凝剂和无碱液体速凝剂。国外生产的大多数速凝剂虽然性能优良,但价格偏高。国内研制的大多数液体速凝剂极大的克服了干喷混凝土施工过程中粉尘大、不易分散等缺点,但掺入了大量的碱性液体,从而导致喷射混凝土的后期强度明显降低以及抗渗等耐久性能下降等问题。近期,无碱液体速凝剂由于可提高喷射混凝土的后期强度、提高抗渗能力,受到了人们的普遍关注。南京工业大学程建坤等(无碱液态水泥速凝剂合成方法的研究)研究的无碱液态 NSA 速凝剂在质量浓度为 5% -8% 的氨水中制备出聚合硫酸铝作为促凝成分,将乳酸和三乙醇胺复合作为稳定剂。检测结果显示当速凝剂掺量为 9% 时,水泥的初凝时间为 3.2min,终凝时间为 6.8min,水泥砂浆的 1d 和 28d 抗压强度分别为 10.9MPa 和 56.7MPa。此方法生产的速凝剂克服了碱性粉状速凝剂所导致的混凝土 28d 抗压强度严重损失的缺陷,但速凝剂掺量大,混凝土生产成本低,不利于工业化生产。中国专利 CN 103553406 将大颗粒聚合硫酸铝过 80-150 目筛备用,搅拌下将过筛的聚合硫酸铝加入 55-75℃ 去离子水中,再缓慢滴加醇胺、稳定剂、硫酸镁、无机酸,制备出一种基于工业聚合硫酸铝的无碱、无氯液体速凝剂。该法生产的速凝剂碱含量小于 1%,且速凝效果好,但含固量为 49% -54%,使混凝土外加水用量大大增加,不利于其实现工业化价值。中国专利 CN 103396027 将硫酸铝、柠檬酸铝、羟基羧酸、氨水、聚丙烯酰胺、水依次投入到反应釜中,在 60-80℃ 下加热、搅拌均匀,制备出一种新型无碱液体速凝剂。该法生产的速凝剂强度高,但在生产过程中由于氨水的加入,对混凝土的耐久性有一定影响,限制了其在工业中的应用。中国专利 CN 103803838 将聚合硫酸铝过 180 目筛备用,搅拌下向去离子水中加入聚合硫酸铝,聚乙烯亚胺和木质素磺酸钠制备出一种速凝剂。该法生产的速凝剂具有凝结速度快的优点,但是对原料粒度要求高,且后期强度比只能达 80%,阻碍了该速凝剂的商业化应用。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种无碱无氯液体速凝剂的制备方法,旨在提供一种无氯、无碱,后期强度高,与水泥的适应性好,稳定性高的液体速凝剂制备方法。

[0004] 本发明是这样实现的,一种无碱无氯液体速凝剂的制备方法,所述无碱无氯液体速凝剂的制备方法将聚乙二醇改性之后的膨润土引入液态速凝剂中。

[0005] 进一步,所述无碱无氯液体速凝剂的制备方法包括以下步骤:

[0006] 步骤一,在 30-50℃下,按质量百分数 6% -8%的柠檬酸钠溶液中加入质量百分数为 28% -45%硫酸铝制得氢氧化铝胶体;

[0007] 步骤二,在 50-90℃下,按质量百分数将 2% -10%的硫酸铝溶于去离子水中,向该溶液加入预先制备好的氢氧化铝胶体,制得聚合硫酸铝母液;

[0008] 步骤三,在 50-80℃下,按质量百分数加入 5% -14%的聚羧酸减水剂、3% -15%的改性剂、0.5% -5%稳定剂和 0.1% -1%的增稠剂,再加入磷酸调节 pH 为 4-6,制得无碱无氯液体速凝剂。

[0009] 进一步,所述改性剂为经聚乙二醇改性的膨润土。

[0010] 进一步,所述稳定剂为乳酸,三乙醇胺或二者的混合物。

[0011] 进一步,所述增稠剂为聚丙烯酰胺,纤维素或二者的混合物。

[0012] 进一步,所述改性剂的具体制备方法为:将粉碎,干燥后的膨润土加入去离子水搅拌,配制成质量分数为 15% -25%的悬浊液,再向上述悬浊液中加入质量分数为 5% -12%的聚乙二醇溶液混合均匀,在 70-90℃下反应 1-2h,经抽滤,烘干,研磨,制得改性膨润土。

[0013] 本发明的另一目的在于提供一种所述无碱无氯液体速凝剂的制备方法的无碱无氯液体速凝剂按照质量百分数包括:硫酸铝 30% -55%,柠檬酸钠 6% -8%,聚羧酸减水剂 5% -14%,改性剂 3% -15%,稳定剂 0.5% -5%,增稠剂 0.1% -1%,余量为水。

[0014] 本发明的另一目的在于提供一种使用所述无碱无氯液体速凝剂的制备方法制备无碱无氯液体速凝剂的喷射混凝土。

[0015] 本发明提供的无碱无氯液体速凝剂的制备方法,使用改性膨润土作为改性剂制备液体速凝剂,有助于初期 C₃A 的形成,具有方法简单,粘接性好,与水泥适应性强,后期强度比高,体系性质稳定等特点。本发明将聚乙二醇改性之后的膨润土引入液态速凝剂中,利用膨润土优良的阳离子交换性和粘接性等特点,有利于提高活性铝离子在液体速凝剂中的浓度,并一定时间内维持速凝剂性质稳定,提升速凝剂的适应性和后期强度,从而优化速凝剂的性能。

附图说明

[0016] 图 1 是本发明实施例提供的无碱无氯液体速凝剂的制备方法流程图。

具体实施方式

[0017] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0018] 下面结合附图对本发明的应用原理作详细的描述。

[0019] 本发明通过以下技术方案来实现:一种无碱无氯液体速凝剂的制备方法。本发明所述液体速凝剂组成为:硫酸铝 30% -55%,柠檬酸钠 6% -8%,聚羧酸减水剂 5% -14%,改性剂 3% -15%,稳定剂 0.5% -5%,增稠剂 0.1% -1%,余量为水。

[0020] 如图 1 所示,本发明实施例的具体制备步骤如下:

[0021] S101:在 30-50℃下,按质量百分数 6% -8%的柠檬酸钠溶液中加入质量百分数为 28% -45%硫酸铝制得氢氧化铝胶体;

[0022] S102:在 50-90℃下,按质量百分数将 2% -10%的硫酸铝溶于去离子水中,向该溶液加入预先制备好的氢氧化铝胶体,制得聚合硫酸铝母液;

[0023] S103:在 50-80℃下,按质量百分数加入 5% -14%的聚羧酸减水剂、3% -15%的改性剂、0.5% -5%稳定剂和 0.1% -1%的增稠剂,再加入磷酸调节 pH 为 4-6,制得无碱无氯液体速凝剂。

[0024] 本发明所用改性剂为经聚乙二醇改性的膨润土。

[0025] 改性剂的具体制备方法为:将粉碎,干燥后的膨润土加入去离子水搅拌,配制成质量分数为 15% -25%的悬浊液,再向上述悬浊液中加入质量分数为 5% -12%的聚乙二醇溶液混合均匀,将其在 70-90℃下反应 1-2h,经抽滤,烘干,研磨,制得改性膨润土。

[0026] 本发明所用的稳定剂为乳酸,三乙醇胺或二者的混合物。

[0027] 增稠剂为聚丙烯酰胺,纤维素或二者的混合物。

[0028] 通过以下具体实施例对本发明的应用原理作进一步的描述。

[0029] 实施例 1

[0030] 将粉碎,干燥后的膨润土加入去离子水搅拌,配制成质量分数为 15%的悬浊液,再向上述悬浊液中加入质量分数为 5%的聚乙二醇溶液混合均匀,将其在 70℃下反应 1h,经抽滤,烘干,研磨,制得改性膨润土。在 30℃,向质量分数为 6%的柠檬酸钠溶液中加入 28%硫酸铝制得氢氧化铝胶体,在 50℃下,将 2%的硫酸铝溶于去离子水中,向该溶液加入预先制备好的氢氧化铝胶体,制得聚合硫酸铝母液,在 50℃的条件下,向上述聚合硫酸铝母液中加入聚羧酸减水剂 5%,3%经聚乙二醇改性的膨润土作为改性剂,0.5%稳定剂和 0.1%的增稠剂,在加入磷酸调节 pH 为 4-6,制得无碱无氯液体速凝剂。经检测速凝剂掺量为 4%时,初凝时间为 3min,终凝时间为 6min,且 1d 抗压强度大于 10.5MPa,与空白砂浆试块相比 28d 抗压强度比达 101.2%。

[0031] 实施例 2

[0032] 将粉碎,干燥后的膨润土加入去离子水搅拌,配制成质量分数为 17%的悬浊液,再向上述悬浊液中加入质量分数为 7%的聚乙二醇溶液混合均匀,将其在 75℃水域条件下反应 1h,经抽滤,烘干,研磨,制得改性膨润土。在 35℃,向质量分数为 6%的柠檬酸钠溶液中加入 34%硫酸铝制得胶体,在 65℃下,将 4%的硫酸铝溶于去离子水中,向该溶液加入预先制备好的氢氧化铝胶体,制得聚合硫酸铝母液,在 55℃的条件下,向上述聚合硫酸铝母液中加入聚羧酸减水剂 8%,7%经聚乙二醇改性的膨润土作为改性剂,1.5%稳定剂和 0.3%的增稠剂,在加入磷酸调节 pH 为 4-6,制得无碱无氯液体速凝剂。经检测速凝剂掺量为 4.4%时,初凝时间为 2.9min,凝时间为 5.8min,且 1d 抗压强度大于 10.2MPa,与空白砂浆试块相比 28d 抗压强度比达 100.9%。

[0033] 实施例 3

[0034] 将粉碎,干燥后的膨润土加入去离子水搅拌,配制成质量分数为 19%的悬浊液,再向上述悬浊液中加入质量分数为 8%的聚乙二醇溶液混合均匀,将其在 80℃水域条件下反应 1.5h,经抽滤,烘干,研磨,制得改性膨润土。在 40℃,向质量分数为 7%的柠檬酸钠溶液中加入 38%硫酸铝制得胶体,在 70℃下,将 6%的硫酸铝溶于去离子水中,向该溶液加入预先制备好的氢氧化铝胶体,制得聚合硫酸铝母液,在 60℃的条件下,向上述聚合硫酸铝母液中加入聚羧酸减水剂 10%,10%经聚乙二醇改性的膨润土作为改性剂,2.5%稳定剂和

0.4%的增稠剂,在加入磷酸调节 pH 为 4-6,制得无碱无氯液体速凝剂。经检测速凝剂掺量为 4.9%时,初凝时间为 2.4min,终凝时间为 5.7min,且 1d 抗压强度大于 11.4MPa,与空白砂浆试块相比 28d 抗压强度比达 102.7%。

[0035] 实施例 4

[0036] 将粉碎,干燥后的膨润土加入去离子水搅拌,配制成质量分数为 22%的悬浊液,再向上述悬浊液中加入质量分数为 9%的聚乙二醇溶液混合均匀,将其在 85℃水域条件下反应 1.5h,经抽滤,烘干,研磨,制得改性膨润土。在 45℃,向质量分数为 7%的柠檬酸钠溶液中加入 42%硫酸铝制得胶体,在 75℃下,将 8%的硫酸铝溶于去离子水中,向该溶液加入预先制备好的氢氧化铝胶体,制得聚合硫酸铝母液,在 65℃的条件下,向上述聚合硫酸铝母液中加入聚羧酸减水剂 12%,13%经聚乙二醇改性的膨润土作为改性剂,3.5%稳定剂和 0.7%的增稠剂,在加入磷酸调节 pH 为 4-6,制得无碱无氯液体速凝剂。经检测速凝剂掺量为 5.4%时,初凝时间为 2min,终凝时间为 5.6min,且 1d 抗压强度大于 10.1MPa,与空白砂浆试块相比 28d 抗压强度比达 100.6%。

[0037] 实施例 5

[0038] 将粉碎,干燥后的膨润土加入去离子水搅拌,配制成质量分数为 25%的悬浊液,再向上述悬浊液中加入质量分数为 12%的聚乙二醇溶液混合均匀,将其在 90℃水域条件下反应 2h,经抽滤,烘干,研磨,制得改性膨润土。在 50℃,向质量分数为 8%的柠檬酸钠溶液加入 45%硫酸铝制得胶体,在 90℃下,将 10%的硫酸铝溶于去离子水中,向该溶液加入预先制备好的氢氧化铝胶体,制得聚合硫酸铝母液,在 80℃的条件下,向上述聚合硫酸铝母液中加入聚羧酸减水剂 14%,15%经聚乙二醇改性的膨润土作为改性剂,5%稳定剂和 1%的增稠剂,在加入磷酸调节 pH 为 4-6,制得无碱无氯液体速凝剂。经检测速凝剂掺量为 6%时,初凝时间为 1.6min,终凝时间为 5.2min,且 1d 抗压强度大于 10.8MPa,与空白砂浆试块相比 28d 抗压强度比达 104%。

[0039] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

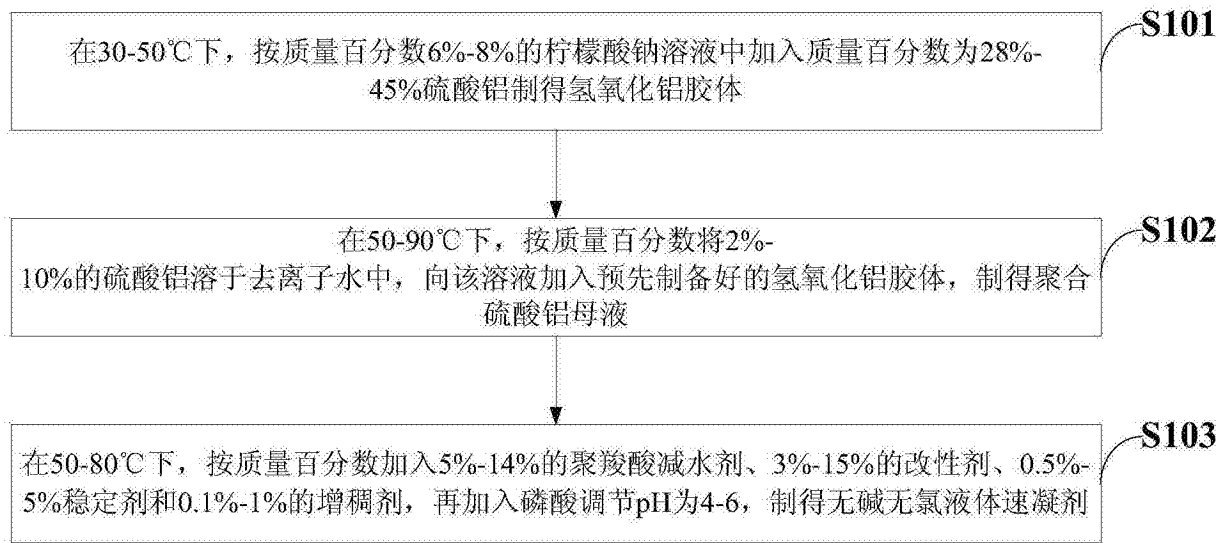


图 1