(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利申请



(10) 申请公布号 CN 114307029 A (43) 申请公布日 2022. 04. 12

- (21) 申请号 202210098579.4
- (22) 申请日 2022.01.27
- (66) 本国优先权数据

202210067877.7 2022.01.20 CN

- (71) 申请人 西南石油大学 地址 610000 四川省成都市新都区新都大 道8号
- (72) 发明人 李媛媛 肖国清 李芳洲 唐娅玲 李蕊利 刘谦
- (74) 专利代理机构 成都行之智信知识产权代理 有限公司 51256

代理人 王伟

(51) Int.CI.

A62D 1/04 (2006.01)

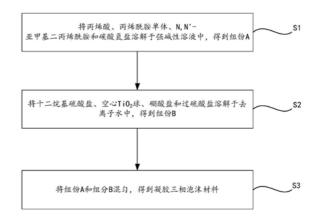
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种凝胶三相泡沫材料、制备方法及应用

(57) 摘要

为解决现有技术中存在的凝胶泡沫稳定性和扩散性不足的技术问题,本发明实施例提供一种凝胶三相泡沫材料、制备方法及应用,主要采用如下重量份数的组份制成:强碱:1-5份、丙烯酸:1-5份、丙烯酰胺单体:2-6份、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺:0.1-0.4份、碳酸氢盐:1-4份、十二烷基硫酸盐:0.2-0.4份、硼酸盐:6-10份、过硫酸盐:0.3-0.5份、空心TiO2球:0.1-0.4份和去离子水。本发明实施例凝胶三相泡沫材料的析液半衰期远远高于普通市售两相泡沫灭火剂,具有良好的泡沫稳定性能;该凝胶三相泡沫材料的凝胶时间可达18min,能保障泡沫态凝胶充分扩散至采空区和储煤区,且不会在凝胶前破裂,从而避免87、现有的凝胶泡沫稳定性和扩散性不足的缺陷。



CN 114307029 A

- 1.一种凝胶三相泡沫材料,其特征在于,主要采用如下重量份数的组份制成:强碱:1-5份、丙烯酸:1-5份、丙烯酰胺单体:2-6份、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺:0.1-0.4份、碳酸氢盐:1-4份、十二烷基硫酸盐:0.2-0.4份、硼酸盐:6-10份、过硫酸盐:0.3-0.5份、空心TiO₂球:0.1-0.4份和去离子水。
- 2.如权利要求1所述凝胶三相泡沫材料,其特征在于,所述空心 $Ti0_2$ 球主要采用如下重量份数的组份制成:葡萄糖碳球:0.5-2份;去离子水:1-2.5份;钛酸正丁酯0.2-0.6份和乙醇1-2份。
- 3.如权利要求2所述凝胶三相泡沫材料,其特征在于,所述葡萄糖碳球主要采用如下重量份数的组份制成:葡萄糖单体:10-25份和去离子水1-2.5份。
- 4.如权利要求1-3任意一项所述凝胶三相泡沫材料,其特征在于,所述强碱为氢氧化钠,碳酸氢盐为碳酸氢钠,十二烷基硫酸为十二烷基硫酸钠,硼酸盐为硼酸钠,过硫酸为过硫酸钠。
- 5.一种权利要求1-4任意一项所述凝胶三相泡沫材料的制备方法,其特征在于,包括: 将丙烯酸、丙烯酰胺单体、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺和碳酸氢盐溶解于强碱性溶液中, 得到组份A;

将十二烷基硫酸盐、空心TiO₂球、硼酸盐和过硫酸盐溶解于去离子水中,得到组份B; 将组份A和组分B混匀,得到凝胶三相泡沫材料。

6.如权利要求5所述凝胶三相泡沫材料的制备方法,其特征在于,还包括:制备空心 ${\rm Ti0}_2$ 球;

所述制备空心Ti0,球包括:

将葡萄糖单体溶解于的去离子水中进行水热反应,得到葡萄糖碳球;

将钛酸正丁酯滴入乙醇中混匀,得到混匀液;将混匀液和葡萄糖碳球混合后进行溶胶凝胶反应,处理后得到葡萄糖碳球@TiO₂;

将葡萄糖碳球@TiO₂在500℃灼烧后,得到空心TiO₂球。

- 7.如权利要求6所述凝胶三相泡沫材料的制备方法,其特征在于,水热反应的温度为 150-200℃,时间为10-20小时。
- 8.如权利要求6所述凝胶三相泡沫材料的制备方法,其特征在于,将钛酸正丁酯滴入乙醇中混匀,得到混匀液;将混匀液和葡萄糖碳球混合后进行溶胶凝胶反应,处理后得到葡萄糖碳球®TiO₂;包括:

将钛酸正丁酯滴入乙醇中混匀,得到混匀液;

将混匀液和葡萄糖碳球混合后,反应1-3小时后,得到第一反应物;

向第一反应物中加入去离子水,继续反应1-3小时后,处理得到葡萄糖碳球@TiO₂。

9.如权利要求1所述凝胶三相泡沫材料的制备方法,其特征在于,所述将组份A和组分B混匀,得到凝胶三相泡沫材料;包括:

在温度25-80℃下,以3000-10000rpm将组份A和组分B搅拌1-3min,得到凝胶三相泡沫材料。

10.权利要求1-4任意一项所述凝胶三相泡沫材料或权利要求5-9任意一项所述制备方法在制备凝胶泡沫灭火剂中的应用。

一种凝胶三相泡沫材料、制备方法及应用

技术领域

[0001] 本发明涉及一种凝胶三相泡沫材料、制备方法及应用。

背景技术

[0002] 目前应用于煤矿的防火灭火技术主要有预防性注浆技术、凝胶技术、惰性气体、物理阻火技术、均压堵漏风灭火技术、三相泡沫阻火技术等。然而,这些传统技术也由于其有效持续时间短、堆叠能力弱、流动性差、成本高而存在相应的缺点。

[0003] 凝胶和泡沫在煤矿防火方面各有优缺点,将二者结合使用可得到防火性能较好的凝胶泡沫。维诺格拉多夫等人通过实验发现凝胶泡沫比凝胶具有更好的性能。任万兴等人研究了凝胶泡沫的防火性能和煤自燃的防治机理。张雷林开发了一种新型凝胶泡沫,并在此基础上研究了凝胶泡沫的流动性。陆新晓等人使用煤自燃气体测定实验装置测试不同泡沫凝胶处理的煤样,分析随煤温升高释放的特征气体,研究凝胶泡沫的防火性能。研究表明,凝胶泡沫在矿区的灭火性能优于普通注浆。郭勤等人对凝胶时间、发泡倍数、失水率等评价凝胶泡沫材料灭火性能的关键因素进行了实验研究。3D-X射线实验表明,泡沫凝胶的结构与纯泡沫相似,凝胶骨架可以保持泡沫凝胶的完整性,增强稳定性,提高热容。

[0004] 然而,目前的凝胶泡沫存在稳定性不足,凝胶流动性较差,注入采空区后扩散性不足,达不到大范围扩散堆积的要求,且容易堵塞注浆管道。

发明内容

[0005] 为解决现有技术中存在的凝胶泡沫稳定性和扩散性不足的技术问题,本发明实施例提供一种凝胶三相泡沫材料、制备方法及应用。

[0006] 本发明实施例通过下述技术方案实现:

[0007] 第一方面,本发明实施例提供一种凝胶三相泡沫材料,主要采用如下重量份数的组份制成:强碱:1-5份、丙烯酸:1-5份、丙烯酰胺单体:2-6份、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺:<math>0.1-0.4份、碳酸氢盐:1-4份、十二烷基硫酸盐:0.2-0.4份、硼酸盐:6-10份、过硫酸盐:0.3-0.5份、空心Ti0。球:0.1-0.4份和去离子水。

[0008] 进一步的,所述空心TiO₂球主要采用如下重量份数的组份制成:葡萄糖碳球:0.5-2份;去离子水:1-2.5份;钛酸正丁酯0.2-0.6份和乙醇1-2份。

[0009] 进一步的,所述葡萄糖碳球主要采用如下重量份数的组份制成:葡萄糖单体:10-25份和去离子水1-2.5份。

[0010] 进一步的,所述强碱为氢氧化钠,碳酸氢盐为碳酸氢钠,十二烷基硫酸为十二烷基硫酸钠,硼酸盐为硼酸钠,过硫酸为过硫酸钠。

[0011] 第二方面,本发明实施例提供一种凝胶三相泡沫材料的制备方法,包括:

[0012] 将丙烯酸、丙烯酰胺单体、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺和碳酸氢盐溶解于强碱性溶液中,得到组份A;

[0013] 将十二烷基硫酸盐、空心TiO₂球、硼酸盐和过硫酸盐溶解于去离子水中,得到组份

Β;

[0014] 将组份A和组分B混匀,得到凝胶三相泡沫材料。

[0015] 进一步的,还包括:制备空心TiO。球;

[0016] 所述制备空心TiO。球包括:

[0017] 将葡萄糖单体溶解于的去离子水中进行水热反应,得到葡萄糖碳球;

[0018] 将钛酸正丁酯滴入乙醇中混匀,得到混匀液;将混匀液和葡萄糖碳球混合后进行溶胶凝胶反应,处理后得到葡萄糖碳球@TiO₂;

[0019] 将葡萄糖碳球®TiO。在500℃灼烧后,得到空心TiO。球。

[0020] 进一步的,水热反应的温度为150-200℃,时间为10-20小时。

[0021] 进一步的,将钛酸正丁酯滴入乙醇中混匀,得到混匀液;将混匀液和葡萄糖碳球混合后进行溶胶凝胶反应,处理后得到葡萄糖碳球@TiO₂;包括:

[0022] 将钛酸正丁酯滴入乙醇中混匀,得到混匀液;

[0023] 将混匀液和葡萄糖碳球混合后,反应1-3小时后,得到第一反应物;

[0024] 向第一反应物中加入去离子水,继续反应1-3小时后,处理得到葡萄糖碳球@TiO。。

[0025] 进一步的,所述将组份A和组分B混匀,得到凝胶三相泡沫材料;包括:

[0026] 在温度25-80℃下,以3000-10000rpm将组份A和组分B搅拌1-3min,得到凝胶三相泡沫材料。

[0027] 第三方面,本发明实施例提供一种所述凝胶三相泡沫材料或所述制备方法在制备凝胶泡沫灭火剂中的应用。

[0028] 本发明实施例与现有技术相比,具有如下的优点和有益效果:

[0029] 本发明实施例的一种凝胶三相泡沫材料、制备方法及应用,通过丙烯酸、丙烯酰胺单体、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺、碳酸氢盐和强碱制备的组分A和通过十二烷基硫酸盐、空心TiO₂球、硼酸盐和过硫酸盐制备的组分B,最终得到泡沫稳定性能和耐高温性能较好的凝胶三相泡沫材料,从性能测试可知,该凝胶三相泡沫材料的析液半衰期远远高于普通市售两相泡沫灭火剂,具有良好的泡沫稳定性能;该凝胶三相泡沫材料的凝胶时间可达18min,能保障泡沫态凝胶充分扩散至采空区和储煤区,且不会在凝胶前破裂,从而避免现有的凝胶泡沫稳定性和扩散性不足的缺陷。

[0030] 本发明实施例的凝胶三相泡沫材料通过中所添加的无机物具有防火性能,不仅降低了凝胶的成本,而且能与有机聚合物形成三维网络,增强了凝胶的弹性和耐高温性。当凝胶中的水分全部蒸发时,凝胶骨架和二氧化钛可以包裹和密封高温火源,具有较高的成膜性和密闭性,能有效降低再次发生火灾的可能性。

附图说明

[0031] 为了更清楚地说明本发明示例性实施方式的技术方案,下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地介绍,应当理解,以下附图仅示出了本发明的某些实施例,因此不应被看作是对范围的限定,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他相关的附图。

[0032] 图1为凝胶三相泡沫材料的制备方法的流程示意图。

具体实施方式

[0033] 为使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚明白,下面结合实施例和附图,对本发明作进一步的详细说明,本发明的示意性实施方式及其说明仅用于解释本发明,并不作为对本发明的限定。

[0034] 在以下描述中,为了提供对本发明的透彻理解阐述了大量特定细节。然而,对于本领域普通技术人员显而易见的是:不必采用这些特定细节来实行本发明。在其他实施例中,为了避免混淆本发明,未具体描述公知的结构、电路、材料或方法。

[0035] 在整个说明书中,对"一个实施例"、"实施例"、"一个示例"或"示例"的提及意味着:结合该实施例或示例描述的特定特征、结构或特性被包含在本发明至少一个实施例中。因此,在整个说明书的各个地方出现的短语"一个实施例"、"实施例"、"一个示例"或"示例"不一定都指同一实施例或示例。此外,可以以任何适当的组合和、或子组合将特定的特征、结构或特性组合在一个或多个实施例或示例中。此外,本领域普通技术人员应当理解,在此提供的示图都是为了说明的目的,并且示图不一定是按比例绘制的。这里使用的术语"和/或"包括一个或多个相关列出的项目的任何和所有组合。

[0036] 在本发明的描述中,术语"前"、"后"、"左"、"右"、"上"、"下"、"竖直"、"水平"、 "高"、"低""内"、"外"等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,仅是为 了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方 位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本发明保护范围的限制。

[0037] 实施例

[0038] 为解决现有技术中存在的凝胶泡沫稳定性和扩散性不足的技术问题,本发明实施例提供一种凝胶三相泡沫材料、制备方法及应用。

[0039] 本发明实施例通过下述技术方案实现:

[0040] 第一方面,本发明实施例提供一种凝胶三相泡沫材料,主要采用如下重量份数的组份制成:强碱:1-5份、丙烯酸:1-5份、丙烯酰胺单体:2-6份、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺:<math>0.1-0.4份、碳酸氢盐:1-4份、十二烷基硫酸盐:0.2-0.4份、硼酸盐:6-10份、过硫酸盐:0.3-0.5份、空心 $Ti0_9$ 球:0.1-0.4份和去离子水。

[0041] 凝胶三相泡沫材料的实现原理为:采用空心 $Ti0_2$ 球无机物与有机聚合物形成三维网络,当凝胶中的水分全部蒸发时,凝胶骨架和二氧化钛可以包裹和密封高温火源,具有较高的成膜性和密闭性,再加上 $Ti0_2$ 本身具有的防火性能,从而有效降低再次发生火灾的可能性。

[0042] 本发明实施例的一种凝胶三相泡沫材料、制备方法及应用,通过丙烯酸、丙烯酰胺单体、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺、碳酸氢盐和强碱制备的组分A和通过十二烷基硫酸盐、空心TiO₂球、硼酸盐和过硫酸盐制备的组分B,最终得到泡沫稳定性能和耐高温性能较好的凝胶三相泡沫材料,从性能测试可知,该凝胶三相泡沫材料的析液半衰期远远高于普通市售两相泡沫灭火剂,具有良好的泡沫稳定性能;该凝胶三相泡沫材料的凝胶时间可达18min,能保障泡沫态凝胶充分扩散至采空区和储煤区,且不会在凝胶前破裂,从而避免现有的凝胶泡沫稳定性和扩散性不足的缺陷。

[0043] 进一步的,所述空心 $Ti0_2$ 球主要采用如下重量份数的组份制成:葡萄糖碳球:0.5-2份;去离子水:1-2.5份;钛酸正丁酯0.2-0.6份和乙醇1-2份。

[0044] 进一步的,所述葡萄糖碳球主要采用如下重量份数的组份制成:葡萄糖单体:10-25份和去离子水1-2.5份。

[0045] 进一步的,所述强碱为氢氧化钠,碳酸氢盐为碳酸氢钠,十二烷基硫酸为十二烷基硫酸钠,硼酸盐为硼酸钠,过硫酸为过硫酸钠。

[0046] 第二方面,本发明实施例提供一种凝胶三相泡沫材料的制备方法,包括:

[0047] 将丙烯酸、丙烯酰胺单体、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺和碳酸氢盐溶解于强碱性溶液中,得到组份A;

[0048] 将十二烷基硫酸盐、空心 $Ti0_2$ 球、硼酸盐和过硫酸盐溶解于去离子水中,得到组份 B;

[0049] 将组份A和组分B混匀,得到凝胶三相泡沫材料。

[0050] 进一步的,还包括:制备空心TiO。球;

[0051] 所述制备空心TiO。球包括:

[0052] 将葡萄糖单体溶解于的去离子水中进行水热反应,得到葡萄糖碳球;

[0053] 将钛酸正丁酯滴入乙醇中混匀,得到混匀液;将混匀液和葡萄糖碳球混合后进行溶胶凝胶反应,处理后得到葡萄糖碳球@TiO₂;

[0054] 将葡萄糖碳球@Ti 0_2 在500℃灼烧后,得到空心Ti 0_2 球。

[0055] 进一步的,水热反应的温度为150-200℃,时间为10-20小时。

[0056] 进一步的,将钛酸正丁酯滴入乙醇中混匀,得到混匀液;将混匀液和葡萄糖碳球混合后进行溶胶凝胶反应,处理后得到葡萄糖碳球@TiO₂;包括:

[0057] 将钛酸正丁酯滴入乙醇中混匀,得到混匀液;

[0058] 将混匀液和葡萄糖碳球混合后,反应1-3小时后,得到第一反应物;

[0059] 向第一反应物中加入去离子水,继续反应1-3小时后,处理得到葡萄糖碳球@TiO。。

[0060] 进一步的,所述将组份A和组分B混匀,得到凝胶三相泡沫材料;包括:

[0061] 在温度25-80℃下,以3000-10000rpm将组份A和组分B搅拌1-3min,得到凝胶三相泡沫材料。

[0062] 第三方面,本发明实施例提供一种所述凝胶三相泡沫材料或所述制备方法在制备凝胶泡沫灭火剂中的应用。

[0063] 实施例1

[0064] 二氧化钛空心球体的制备:称重10g的葡萄糖单体,溶解在1质量份的去离子水中,彻底搅拌后,将溶液转移到水热釜中。将水热釜放入烘箱,在150℃下进行反应10小时。反应结束后,用乙醇和去离子水交替洗涤反应产物,过滤至滤清,干燥滤饼干燥得到葡萄糖碳球。将1质量份的乙醇加入到三颈烧瓶中,置于80℃下的油浴中。称取0.5g的葡萄糖碳球,并加入到三颈烧瓶中。称取0.2g的钛酸正丁酯,滴入少量乙醇中,加入到三颈烧瓶中。当反应进行20分钟后,向三颈烧瓶中加入少量的去离子水。反应1小时后,将油浴温度升高,并继续反应1小时后结束,用乙醇洗涤溶液,离心并干燥,得到葡萄糖碳球®Ti0₂样品。将葡萄糖碳球®Ti0₂置于马弗炉中高温下灼烧3小时,得到空心Ti0₂球。

[0065] 凝胶三相泡沫的制备:称重1质量份的氢氧化钠,完全溶解在置于冰水浴中的去离子水中。分别称量2g、3g、0.1g和4g的丙烯酸、丙烯酰胺单体、MBA和碳酸氢钠,并完全溶解到氢氧化钠溶液中,并将此溶液命名为组分A。分别称量0.2g、8g和0.3g的十二烷基硫酸钠,硼

酸钠和过硫酸钾,并完全溶解在50mL的去离子水中,并将此溶液命名为组分B。将凝胶组分B 倒入组分A中,加入适量去离子水至100ml溶液,在25℃下彻底搅拌溶液直至完全混合均匀。 将混合均匀的凝胶溶液倒入搅拌机中,在3000rpm下机械搅拌3min,得到凝胶三相泡沫。

[0066] 实施例2

[0067] 二氧化钛空心球体的制备:称重20g的葡萄糖单体,溶解在2g的去离子水中,彻底搅拌后,将溶液转移到水热釜中。将水热釜放入烘箱,在160℃下进行反应17小时。反应结束后,用乙醇和去离子水交替洗涤反应产物,过滤至滤清,干燥滤饼干燥得到葡萄糖碳球。将1.5g的乙醇加入到三颈烧瓶中,置于85℃下的油浴中。称取1.5g的葡萄糖碳球,并加入到三颈烧瓶中。称取0.5g的钛酸正丁酯,滴入少量乙醇中,加入到三颈烧瓶中。当反应进行20分钟后,向三颈烧瓶中加入少量的去离子水。反应2小时后,将油浴温度升高,并继续反应2小时后结束,用乙醇洗涤溶液,离心并干燥,得到葡萄糖碳球®Ti0₂样品。将葡萄糖碳球®Ti0₂置于马弗炉中高温下灼烧4小时,得到空心Ti0₂球。

[0068] 凝胶三相泡沫的制备:称重4g的氢氧化钠,完全溶解在置于冰水浴中的去离子水中。分别称量4g、5g、0.4g和2g的丙烯酸、丙烯酰胺单体、MBA和碳酸氢钠,并完全溶解到氢氧化钠溶液中,并将此溶液命名为组分A。分别称量0.35g、7g和0.25g的十二烷基硫酸钠,硼酸钠和过硫酸钾,并完全溶解在0.45g的去离子水中,并将此溶液命名为组分B。将凝胶组分B倒入组分A中,加入适量去离子水至100m1溶液,在50℃下彻底搅拌溶液直至完全混合均匀。将混合均匀的凝胶溶液倒入搅拌机中,在8000rpm下机械搅拌1min,得到凝胶三相泡沫。

[0069] 实施例3

[0070] 二氧化钛空心球体的制备:称重25g的葡萄糖单体,溶解在2.5g的去离子水中,彻底搅拌后,将溶液转移到水热釜中。将水热釜放入烘箱,在200℃下进行反应14小时。反应结束后,用乙醇和去离子水交替洗涤反应产物,过滤至滤清,干燥滤饼干燥得到葡萄糖碳球。将2g的乙醇加入到三颈烧瓶中,置于90℃下的油浴中。称取2g的葡萄糖碳球,并加入到三颈烧瓶中。称取0.6g的钛酸正丁酯,滴入少量乙醇中,加入到三颈烧瓶中。当反应进行20分钟后,向三颈烧瓶中加入少量的去离子水。反应3小时后,将油浴温度升高,并继续反应3小时后结束,用乙醇洗涤溶液,离心并干燥,得到葡萄糖碳球®Ti02样品。将葡萄糖碳球®Ti02置于马弗炉中高温下灼烧5小时,得到空心Ti02球。

[0071] 凝胶三相泡沫的制备:称重5g的氢氧化钠,完全溶解在置于冰水浴中的去离子水中。分别称量1g、2g、0.1g和4g的丙烯酸、丙烯酰胺单体、MBA和碳酸氢钠,并完全溶解到氢氧化钠溶液中,并将此溶液命名为组分A。分别称量0.4g、10g和0.4g的十二烷基硫酸钠,硼酸钠和过硫酸钾,并完全溶解在0.35g的去离子水中,并将此溶液命名为组分B。将凝胶组分B倒入组分A中,加入适量去离子水至100m1溶液,在80℃下彻底搅拌溶液直至完全混合均匀。将混合均匀的凝胶溶液倒入搅拌机中,在10000rpm下机械搅拌2min,得到凝胶三相泡沫。

[0072] 实施例4

[0073] 一种凝胶三相泡沫材料,采用如下重量份数的组份制成:氢氧化钠:1份、丙烯酸:1份、丙烯酰胺单体:2份、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺:0.1份、碳酸氢钠:1份、十二烷基硫酸钠:0.2份、硼酸钠6份、过硫酸钠:0.3份、空心TiO2球:0.1份和去离子水;空心TiO2球采用如下重量份数的组份制成:葡萄糖碳球:0.5份;去离子水:1份;钛酸正丁酯0.2份和乙醇1份;葡萄糖碳球采用如下重量份数的组份制成:葡萄糖单体:10份和去离子水1份。

[0074] 制备空心Ti0₂球:包括:将葡萄糖单体溶解于的去离子水中在150℃进行水热反应 10小时,得到葡萄糖碳球;

[0075] 将钛酸正丁酯滴入乙醇中混匀,得到混匀液;将混匀液和葡萄糖碳球混合后,反应1小时后,得到第一反应物;向第一反应物中加入去离子水,继续反应1小时后,处理得到葡萄糖碳球®TiO₂;将葡萄糖碳球®TiO₂在500℃灼烧后,得到空心TiO₂球。

[0076] 一种凝胶三相泡沫材料的制备方法,包括:

[0077] 将丙烯酸、丙烯酰胺单体、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺和碳酸氢盐溶解于强碱性溶液中,得到组份A;

[0078] 将十二烷基硫酸盐、空心 $Ti0_2$ 球、硼酸盐和过硫酸盐溶解于去离子水中,得到组份 B:

[0079] 在温度25℃下,以3000rpm将组份A和组分B搅拌3min,得到凝胶三相泡沫材料。

[0080] 实施例5

[0081] 一种凝胶三相泡沫材料,采用如下重量份数的组份制成:氢氧化钠:5份、丙烯酸:5份、丙烯酰胺单体:6份、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺:0.4份、碳酸氢钠:4份、十二烷基硫酸钠:0.4份、硼酸钠10份、过硫酸钠:0.5份、空心TiO₂球:0.4份和去离子水;空心TiO₂球采用如下重量份数的组份制成:葡萄糖碳球:2份;去离子水:2.5份;钛酸正丁酯0.6份和乙醇1-2份;葡萄糖碳球采用如下重量份数的组份制成:葡萄糖单体:25份和去离子水2.5份。

[0082] 制备空心Ti0₂球:包括:将葡萄糖单体溶解于的去离子水中在200℃进行水热反应20小时,得到葡萄糖碳球;

[0083] 将钛酸正丁酯滴入乙醇中混匀,得到混匀液;将混匀液和葡萄糖碳球混合后,反应3小时后,得到第一反应物;向第一反应物中加入去离子水,继续反应3小时后,处理得到葡萄糖碳球®Ti0。;将葡萄糖碳球®Ti0。在500℃灼烧后,得到空心Ti0。球。

[0084] 一种凝胶三相泡沫材料的制备方法,包括:

[0085] 将丙烯酸、丙烯酰胺单体、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺和碳酸氢盐溶解于强碱性溶液中,得到组份A;

[0086] 将十二烷基硫酸盐、空心 $Ti0_2$ 球、硼酸盐和过硫酸盐溶解于去离子水中,得到组份 B;

[0087] 在温度80℃下,以10000rpm将组份A和组分B搅拌1min,得到凝胶三相泡沫材料。

[0088] 实施例6

[0089] 一种凝胶三相泡沫材料,采用如下重量份数的组份制成:氢氧化钠:2份、丙烯酸:3份、丙烯酰胺单体:3份、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺:0.2份、碳酸氢钠:3份、十二烷基硫酸钠:0.3份、硼酸钠7份、过硫酸钠:0.4份、空心TiO₂球:0.2份和去离子水;空心TiO₂球采用如下重量份数的组份制成:葡萄糖碳球:0.8份;去离子水:1.8份;钛酸正丁酯0.4份和乙醇1.8份;葡萄糖碳球采用如下重量份数的组份制成:葡萄糖单体:15份和去离子水1.8份。

[0090] 制备空心Ti0₂球:包括:将葡萄糖单体溶解于的去离子水中在180℃进行水热反应 15小时,得到葡萄糖碳球;

[0091] 将钛酸正丁酯滴入乙醇中混匀,得到混匀液;将混匀液和葡萄糖碳球混合后,反应2小时后,得到第一反应物;向第一反应物中加入去离子水,继续反应1.5小时后,处理得到葡萄糖碳球®TiO₂;将葡萄糖碳球®TiO₂在500℃灼烧后,得到空心TiO₂球。

[0092] 一种凝胶三相泡沫材料的制备方法,包括:

[0093] 将丙烯酸、丙烯酰胺单体、N,N'-亚甲基二丙烯酰胺和碳酸氢盐溶解于强碱性溶液中,得到组份A;

[0094] 将十二烷基硫酸盐、空心 $Ti0_2$ 球、硼酸盐和过硫酸盐溶解于去离子水中,得到组份 B;

[0095] 在温度65℃下,以7000rpm将组份A和组分B搅拌2min,得到凝胶三相泡沫材料。

[0096] 将本发明制备的凝胶三相泡沫材料、水系灭火剂及市售的两相泡沫灭火剂(水成膜泡沫灭火剂和抗溶性泡沫灭火剂)的泡沫性能进行测试,具体测试结果如下表1。

[0097] 表1本发明的产品与市售两相泡沫灭火剂的泡沫性能对比

	测试样名称	发泡倍数	析液半衰期 /min	泡沫高度/ml	凝胶时间/min
	实施例 2 的凝胶三相泡沫	4.0倍	50	400	18
[0098]	3%水系灭火剂	5.9倍	11. 27	590	/
	6%抗溶性泡沫灭火剂	6倍	9	600	/
	6%水成膜泡沫灭火剂	5.9倍	9	590	/

[0099] 由表1可知,凝胶三相泡沫的析液半衰期远远高于普通市售两相泡沫灭火剂。可知,凝胶三相泡沫具有很高的稳定性。因此在针对煤矿类等火灾时,凝胶三相泡沫能有效提高灭火效率,增加灭火的有效率以及减少灭火时间。

[0100] 由表1可知凝胶三相泡沫具有良好的扩散性。泡沫属于热力学不稳定体系,如果聚合物交联反应时间太晚,甚至超过稳定时间,就会破裂脱水。此时,即使发生了交联反应,也不能形成泡沫凝胶。因此,最好的凝胶时间是溶液发泡和破裂之前。考虑到煤矿采用管道运输,时间控制在10-20min之间。本发明凝胶时间适中,能保障泡沫态凝胶充分扩散至采空区和储煤区,且不会在凝胶前破裂。

[0101] 另外,市场广泛使用的凝胶因其主要成分为有机聚合物而具有较高的成本。相比而言本发明实施例的凝胶三相泡沫不仅能减少有机聚合物的添加量,降低整体成本,还能增强凝胶的稳定性和凝胶的机械强度。

[0102] 从而,本发明实施例的凝胶三相泡沫可快速均匀覆盖着火点,凝胶时间适中,并且能有效扩散至采空区和储煤区;本发明实施例的凝胶三相泡沫其多孔结构对温度变化反应迅速,可导致高温下失水迅速,有效冷却火灾;本发明实施例的凝胶三相泡沫中所添加的无机物具有防火性能,不仅降低了凝胶的成本,而且能与有机聚合物形成三维网络,增强了凝胶的弹性和耐高温性。当凝胶中的水分全部蒸发时,凝胶骨架和二氧化钛可以包裹和密封高温火源,具有较高的成膜性和密闭性,能有效降低再次发生火灾的可能性。

[0103] 以上所述的具体实施方式,对本发明的目的、技术方案和有益效果进行了进一步详细说明,所应理解的是,以上所述仅为本发明的具体实施方式而已,并不用于限定本发明的保护范围,凡在本发明的精神和原则之内,所做的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

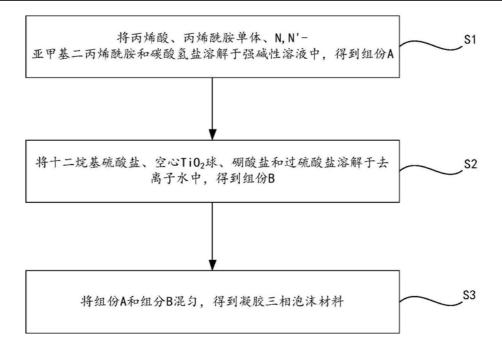


图1