

氢氧化镁制备活性 MgO 及 MOC 的工艺研究

阿旦春^{1,2}, 肖学英¹, 文静¹, 董金美¹, 郑卫新¹, 常成功¹

- (1. 中国科学院青海盐湖研究所, 中国科学院青海盐湖资源综合高效利用重点实验室, 青海省盐湖资源化学重点实验室, 青海 西宁 810008;
2. 中国科学院大学, 北京 100049)

摘要: 柴达木地区盐湖镁资源储量丰富, 伴随锂和钾资源的开发利用会副产大量的富镁副产物。为提高盐湖镁资源利用率, 本文以 $MgCl_2$ 与电石渣制备的 $Mg(OH)_2$ 为原料, 研究煅烧工艺对煅烧产物粒径、比表面积、活性 MgO 含量、凝结时间的影响, 并以煅烧产物为原料制备 MOC 试件, 研究煅烧温度和原料配比对 MOC 试件的影响。研究表明: 随煅烧温度的升高和保温时间的延长, 煅烧产物的比表面积逐渐降低, 粒径呈先降低后增加的趋势; 随煅烧温度升高和保温时间的延长, 煅烧产物中活性 MgO 含量逐渐增加, 煅烧产物的凝结时间逐渐延长。当原料的煅烧温度为 $600^\circ C$, 活性 MgO 与 $MgCl_2$ 摩尔比为 6, $MgCl_2$ 溶液波美度为 27 时 MOC 试件抗压强度较高, 且抗压强度随龄期延长而逐渐增加。

关键词: 氯氧镁水泥; 氢氧化镁; 煅烧工艺; 原料配比; 抗压强度

doi:10.3969/j.issn.1000-6532.2022.03.004

中图分类号: TD989 文献标志码: A 文章编号: 1000-6532 (2022) 03-0017-10

氯氧镁水泥 (Magnesium oxychloride cement, MOC), 亦称氯氧镁胶凝材料, 是由含活性 MgO 和 $MgCl_2$ 溶液及其他填料按一定配比制备的气硬性胶凝材料。因其具有热导率低、抗腐蚀性能强、凝结时间快, 早期强度高和耐火性优良等优点^[1-3], 而被广泛应用于防火板、烟囱、通风管道、电缆桥架、矿井支架、活动房屋和装饰构件等方面。

活性 MgO 广泛应用于氯氧镁水泥、电子元件、气体吸附、橡胶工业、多功能陶瓷以及医疗行业^[4-5]。菱镁矿制备活性 MgO 的工艺成熟, 产品性质稳定, 但由于大型菱镁矿矿床分布相对集中, 提高了西部地区活性 MgO 的供给成本^[6]。我国柴达木地区盐湖是天然的高镁锂比盐湖, 盐湖资源开发利用过程中副产大量的富镁副产品, 如以盐湖富镁副产物代替菱镁矿制备活性 MgO 则可有效降低西部地区 MgO 供给成本, 且可提高盐湖

资源利用率。

本文以电石渣和 $MgCl_2$ 为原料制备的 $Mg(OH)_2$ 为原料, 研究煅烧温度、保温时间、粒径、比表面积、MgO 活性和凝结时间的影响。并在此基础上选择合适的煅烧工艺和原料配比制备 MOC 试件, 研究煅烧温度、活性 MgO 与 $MgCl_2$ 摩尔比、 H_2O 与 $MgCl_2$ 摩尔比对不同龄期 MOC 试件抗压强度、物相组成和微观形貌的影响规律。

1 实验部分

1.1 活性 MgO 的制备及表征

因原料中含有较多的 Cl^- , 为降低 Cl^- 对设备的腐蚀, 采用原料与水按质量比为 1:10 洗涤一次以降低原料中 Cl^- 含量。洗涤前后原料中化学组成见表 1。洗涤后原料组成为: $Mg(OH)_2$ 87%, $CaCO_3$ 4.1%, SiO_2 1.5%, $Al_2(SO_4)_3$ 1%, 酸不溶物 0.8%, $NaCl$ 0.6% 和 $AlCl_3$ 0.6%。

收稿日期: 2020-04-23; 改回日期: 2020-09-23

基金项目: 青海省科技成果转化专项 (2019-GX-165); 西宁市重大科技专项 (2019-Z-08); 青海省“高端创新人才千人计划”

作者简介: 阿旦春 (1991-), 男, 硕士, 主要研究方向为镁质胶凝材料。

通信作者: 肖学英 (1964-), 男, 研究员, 主要从事盐湖卤水资源及氯氧镁水泥开发研究工作。

表 1 原料的化学组成/%
Table 1 Chemical composition of raw materials

名称	酸不溶物	Cl ⁻	Al ³⁺	Ca ²⁺	K ⁺	Mg ²⁺	Na ⁺	SO ₄ ²⁻	SiO ₂
未洗涤	0.22	9.62	0.30	4.16	0.22	33.81	0.62	0.57	0.34
洗涤样	0.76	0.84	0.38	1.62	0.038	35.78	0.23	0.53	1.47

为制得化学性质稳定的活性 MgO，首先将洗涤后的原料在 105℃ 干燥至恒重，然后将其粉碎至 -120 μm 作为煅烧前躯体备存。前躯体在 400~800℃ 下分别保温 10、30、60 和 90 min 制备活性 MgO，并采用水合法^[7]测定 MgO 活性。

同时取不同煅烧工艺制备的活性 MgO，由无水乙醇作为分散剂，使用激光粒度分析仪测定 MgO 颗粒的粒径与比表面积。按活性 MgO:MgCl₂:H₂O 的摩尔比为 5:1:13 的配比制作 MOC 浆料，待机械搅拌均匀后，倒入模具并刮平。遵照《GB/T 1019—2002 水泥标准稠度、凝结时间、安定性检验方法》中的“菱镁制品用活性 MgO 标准”测定活性 MgO 的凝结时间。

1.2 MOC 试件的制备及表征

H₂O 与 MgCl₂ 配制一定浓度的 MgCl₂ 的溶液，MgCl₂ 溶液的浓度以波美度表示。并以不同温度下煅烧产物为原料，按照设计的原料摩尔配比制备 MOC 浆料。将混合均匀的 MOC 浆料注入 2 cm × 2 cm × 2 cm 的钢制模具，然后排出气泡并压实，密闭条件养护 24 h 后脱模，而后相同条件下养护至不同龄期。制备 MOC 试件的原料及配比见表 2。

表 2 MOC 试件的原料摩尔配比
Table 2 Molar ratio of raw materials for magnesium oxychloride cement specimens

编号	煅烧温度/℃	与 MgCl ₂ 摩尔比	MgCl ₂ 溶液的波美度/°Bé
1	500	6	27
2	600	6	27
3	700	6	27
4	600	5	27
5	600	7	27
6	600	6	30
7	600	6	24

待 MOC 试件养护至一定龄期，使用微机电液伺服压力试验机测定 MOC 试件的抗压强度。然后将 MOC 试件研磨至一定粒度后，使用 X-射线衍射仪分析 MOC 试件物相组成。采用 Total Pattern

Solution (Topas, Bruker 公司) 分析软件对 XRD 图谱进行定量分析。选取较小的薄片状 MOC 试件作喷金处理，然后使用扫描电子显微镜对 MOC 的微观形貌进行表征。

2 结果与讨论

2.1 煅烧工艺对 MgO 颗粒比表面积与粒径的影响

图 1(a) 和图 1(b) 分别是煅烧温度和保温时间对煅烧产物颗粒和比表面积影响曲线。由图 1(a) 可知，当煅烧温度为 400℃ 时，煅烧产物的比表面积为 61.78 m²/g。随煅烧温度的升高，煅烧产物的比表面积降低。由图 1(b) 可知，随着保温时间的延长，煅烧产物颗粒的比表面积逐渐降低，但降低幅度较小，表明保温时间对颗粒的比表面积影响较小。

煅烧过程中，热量由表及里的传到颗粒内部，而颗粒内部的结合水由内向外扩散，留下传质通道，颗粒结构疏松，比表面积增大。当煅烧至一定阶段，颗粒内外传质速率逐渐降低，煅烧产物颗粒上的孔道逐渐封闭，煅烧产物的比表面积减小。同时，MgO 晶体的生长趋于完善，晶体缺陷减少，晶格畸变降低^[8]。

图 2 是不同煅烧温度下煅烧产物的粒径分布图和粒度分布累计曲线。当煅烧温度为 400~700℃ 时，煅烧产物粒度分布累计曲线峰值逐渐上移，表明随煅烧温度升高，煅烧产物颗粒粒径收缩加剧。例如，未煅烧产物中粒径小于 60 μm 占总体积的 84.06%，400~700℃ 煅烧产物中粒径小于 60 μm 分别占总体积的 87.14%、87.28%、87.73% 和 88.62%。当煅烧温度由 700℃ 升高至 800℃ 时，煅烧产物中较小粒径颗粒集聚成较大粒径的颗粒，导致相同粒径范围内，其体积占比下降。如 800℃ 煅烧产物中粒径小于 90 μm 的颗粒占总体积的 92.03%，而 700℃ 煅烧产物中粒径小于 90 μm 的颗粒占总体积的 96.09%。综上所述，随煅烧温度的升高，煅烧产物中颗粒粒径呈先减小后增大的趋势，且当煅烧温度为 700℃ 时，煅

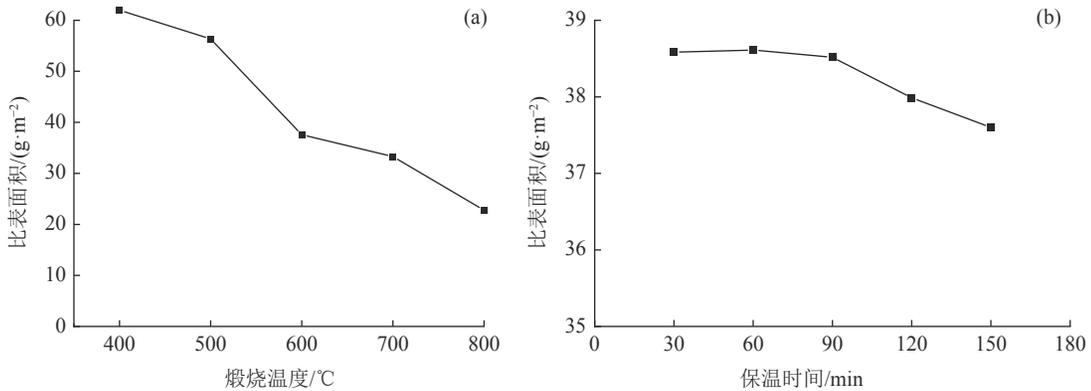


图1 煅烧工艺对MgO比表面积的影响
Fig.1 Effect of calcining process on MgO specific surface area

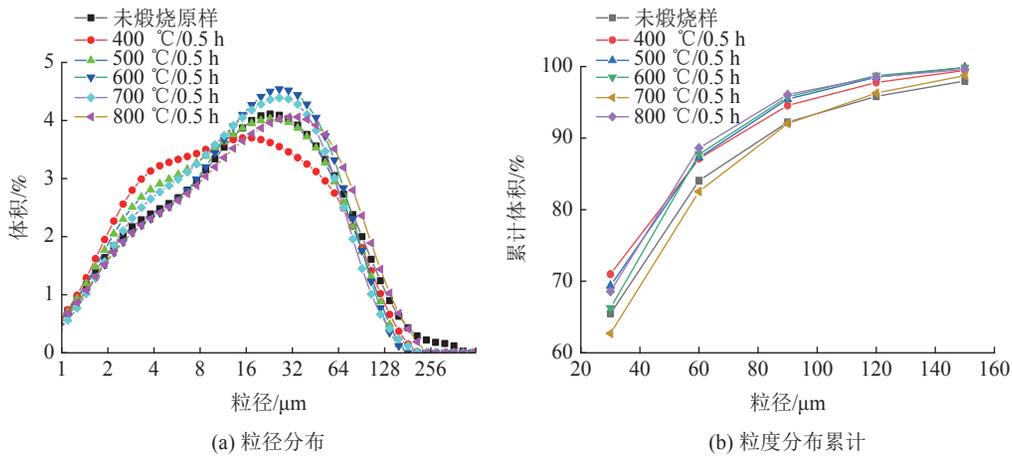


图2 煅烧温度对粒径的影响
Fig.2 Effect of calcining temperature on particle size

烧产物的粒径收缩幅度较大。

图3是不同保温时间煅烧产物的粒径分布图和粒径分布累积曲线。由图3(a)可知，随保温时间延长，煅烧产物中粒径小于30 μm的颗粒的曲线斜率增大，表明随保温时间延长粒径小于30 μm的颗粒烧结逐渐增多。由图3(b)可知，600 °C保温30 min煅烧产物中粒度小于60 μm的颗粒占总体积的87.28%，而保温60、90、120和150 min煅烧产物中粒度小于60 μm的颗粒分别占总体积的87.47%、85.75%、85.23%和84.66%。随保温时间的延长，煅烧产物中粒度小于30 μm的颗粒变化趋势也呈现相同的变化趋势。当保温时间为30、60、90、120和150 min时，煅烧产物中粒径小于30 μm的颗粒分别占总体积的66.26%、67.91%、66.24%、61.78%和60.3%。综上所述，随保温时间延长，煅烧产物的粒径先收缩后烧结，当保温时间为60 min，煅烧产物的粒径收缩程度较大。

2.2 煅烧时间对MgO活性的影响

图4是前驱体在400~800 °C保温30、60和90 min煅烧产物中活性MgO含量曲线。由图4可知，随煅烧温度升高，煅烧产物中活性MgO含量逐渐增加，800 °C时MgO活性较高。随着保温时间延长，MgO活性逐渐增加。当煅烧温度为400~500 °C时，煅烧产物中活性MgO含量随保温时间延长而增加明显。当煅烧温度为500~800 °C时，随保温时间延长，煅烧产物中活性MgO含量增幅减小。

Mg(OH)₂在340~450 °C分解^[9]，因此在400~500 °C时原料中的Mg(OH)₂分解生成MgO。高于500 °C时，Mg(OH)₂基本分解完全。煅烧过程中，结晶水逐渐脱离使Mg(OH)₂晶体中引起较大的晶格畸变，Mg(OH)₂晶体结构发生破裂，生成体积更小的MgO，因此可以认为Mg(OH)₂晶体的破碎是生成MgO的关键环节。MgO的活性是由颗粒的比表面积和晶体形貌决定的，若MgO晶体结构

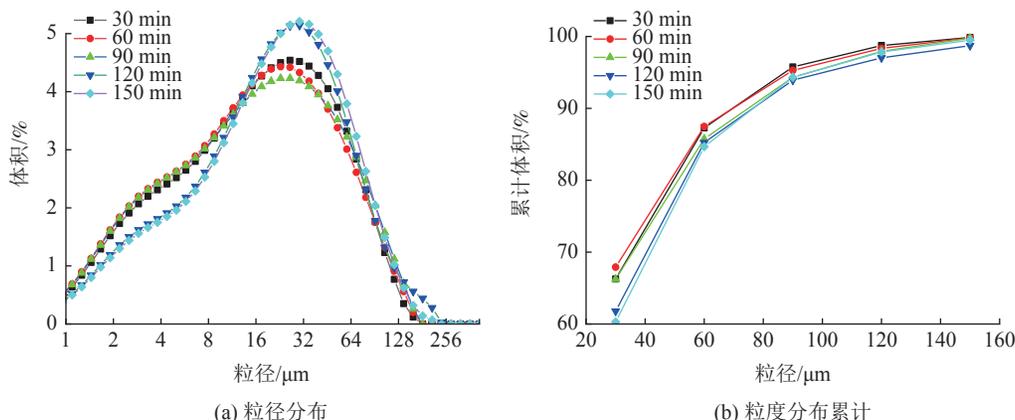


图3 保温时间对粒径的影响
Fig.3 Effect of holding time on particle size

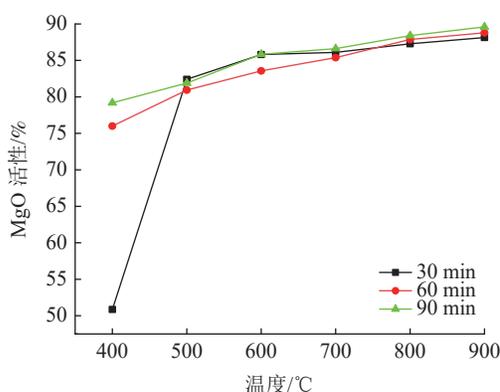


图4 煅烧工艺对活性 MgO 影响
Fig.4 Effect of holding time on activity MgO

松散，晶体缺陷较多，晶格畸变明显，则 MgO 表面价键的不饱和性加强，易与其他物质发生物理化学反应，表现表现为 MgO 活性较高^[10]，反之则 MgO 活性较低。

一般认为，600℃ 煅烧 Mg(OH)₂ 制备活性的 MgO 具有较高的活性，且随着煅烧温度的升高和保温时间的延长，MgO 晶体缺陷减少，晶粒尺寸增大，MgO 活性下降^[11]。而由上已知，随煅烧温度的升高和保温时间的延长，测得煅烧产物中活性 MgO 含量逐渐上升。这是由于随煅烧温度的升高，CaCO₃ 分解为 CaO，使用水合法测定活性时，自由水不仅与 MgO 反应生成 Mg(OH)₂，而且与 CaO 反应生成 Ca(OH)₂，参与反应的自由水增大，导致实测的煅烧产物中 MgO 活性增加。

2.3 煅烧温度和保温时间对凝结时间的影响

活性 MgO 的凝结时间是其本身的一种属性。凝结时间的快慢代表了材料由凝胶相到形成硬化表面所需的时间。较快的凝结时间表明凝胶相中

化学反应较为剧烈，此时反应的放热速率增加，易造成 MOC 试件内部放热及应力集中，影响 MOC 试件的力学性能。反之，较慢的凝结时间表明凝胶相内化学反应速率较小，影响 MOC 试件的成型，使 MOC 试件的早期抗力学性能降低。因此为制得早期抗力学性能较高，且力学性能保持较稳定的 MOC 试件，应避免凝胶相内化学反应速率的过快或过慢。一般认为 MgO 颗粒的粒径、比表面积、MgO 活性和原料配比是影响凝结时间的主要因素。本文通过固定原料配比，研究煅烧工艺对凝结时间的影响。

图 5 是煅烧温度和保温时间对凝结时间的影响曲线。由图 5 可知，随着煅烧温度的升高，煅烧产物的凝结时间呈延长趋势。当煅烧温度为 800℃ 时，其产物的凝结时间明显放缓，约是 700℃ 煅烧产物凝结时间的 5 倍。表明 800℃ 煅烧后，MgO 与 MgCl₂ 溶液反应壁垒增加，生成硬化胶凝相的反应历程延长。随保温时间延长，煅烧产物的凝结时间随之延长，但其程度弱于煅烧温度对凝结时间的影响。

上文提及随着煅烧温度升高和保温时间的延长，MgO 颗粒的比表面积逐渐较小，MgO 晶体的晶格畸变减少。当 MgO 与 MgCl₂ 溶液反应时，较小比表面积减少了反应的接触面，延滞了反应速率。随晶体晶格畸变和缺陷的减少，MgO 晶体与 MgCl₂ 溶液反应接触位点减少，水化反应被阻隔，水硬化过程延长。

2.4 煅烧温度、原料配比及 MgCl₂ 溶液波美度对 MOC 试件抗压强度的影响

前文述及随煅烧温度增加，煅烧产物的凝结

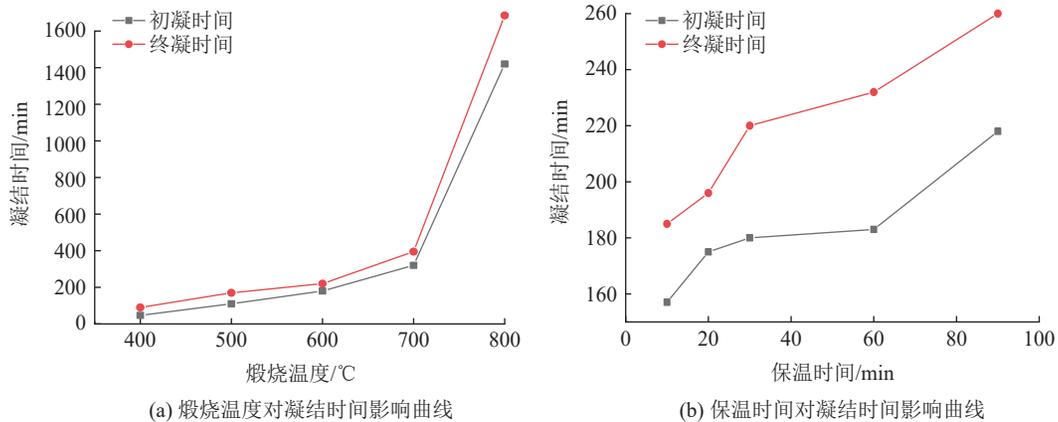


图5 煅烧温度和保温时间对凝结时间的影响
Fig.5 Effect of holding temperature and time on setting time

时间逐渐增长。400°C 煅烧产物的凝结时间较快，而 800°C 煅烧产物的凝结时间明显延长，因此选择原料的煅烧温度为 500~700°C。随保温时间延长，煅烧产物中活性 MgO 含量增加不明显，尤其当煅烧温度大于 500°C 时，保温时间对 MgO 的活性影响较小。因此以 500~700°C 保温 30 min 的煅烧产物为原料，在正交实验基础上优选原料配比制备 MOC 试件，进一步研究煅烧温度、MgO 与 MgCl₂ 摩尔比、MgCl₂ 溶液波美度对 MOC 试件性质的影响。

2.4.1 煅烧温度的影响

图6 是以不同温度下煅烧产物制备的 MOC 试件的 3、7 和 28 d 龄期抗压强度图。由图6 可知，600°C 煅烧产物制备的 MOC 试件具有较高的抗压强度。且随着龄期延长，MOC 试件的抗压强度逐渐增加。随煅烧温度的升高，煅烧产物的比表面积逐渐减小。而采用相同的配比制备 MOC 试件时，较大比表面积的 MgO 颗粒与 MgCl₂ 溶液反应过快，即能与单位质量 MgO 颗粒反应的 MgCl₂ 溶液质量更多，导致 MOC 试件水化不均，此外 MOC 试件中还剩余一定量未反应完全的 MgO，这与 MOC 试件物相的 Topas 软件定量分析结果（见表3）一致。外力作用时 MOC 试件中存在更易引起应力集中，导致 MOC 试件的抗压强度降低。而较小比表面积的 MgO 颗粒与 MgCl₂ 溶液反应速率较低，虽有利于 MOC 试件中晶体的生长，但也降低了 MOC 试件抗压强度增长速率，致使相同龄期下，700°C 煅烧产物制备的 MOC 试件的抗压强度相对较低。因此为制得抗压强度较高的 MOC 试件，原料的煅烧温度为 600°C 较为恰当。

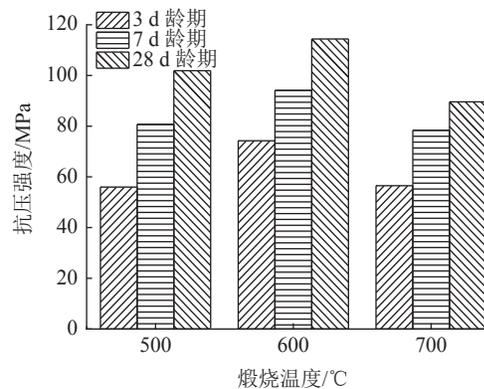


图6 不同煅烧产物制备的 MOC 试件的抗压强度
Fig.6 Compressive strength of MOC specimens prepared from different calcined products

表3 不同煅烧产物制备的 MOC 试件的 28 d 龄期物相组成及含量

Table 3 Crystalline phases and their quantity of 28 day age of MOC specimens prepared from different calcinations

煅烧温度/°C	P518	MgO	Mg(OH) ₂	SiO ₂	R
500	89.09	3.36	6.59	0.97	11.325
600	93.63	-	5.22	1.15	11.742
700	93.67	-	5.46	0.87	12.490

图7 是由不同温度下煅烧产物制备的 MOC 试件的 28 d 龄期 XRD。由图7 可知，MOC 试件中主要存在的物相为 5 Mg(OH)₂·MgCl₂·8H₂O（简称：P518）、MgO 和 Mg(OH)₂。使用 Topas 软件对 XRD 图谱的定量分析，其结果见表3。由表可知，500°C 煅烧产物制备的 MOC 中 P518 含量为 89.09%，此外还存有少量的 MgO，这是由于高比表面积的 MgO 更易与 MgCl₂ 溶液反应，致使活性 MgO 过剩。600°C 煅烧产物制备的 MOC 中 P518

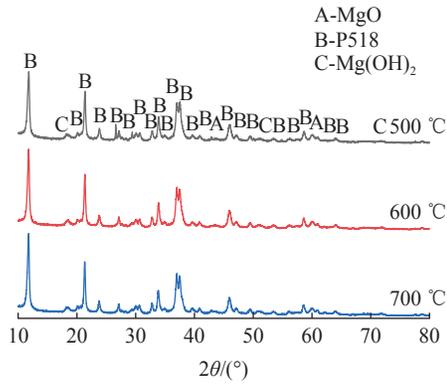


图 7 由不同煅烧产物制备的 MOC 试件的 28 d 龄期 XRD

Fig.7 XRD patterns of 28 day age of MOC specimens prepared from different calcinations

含量为 93.63%。而 MOC 试件中 P518 是主要的强度支持相，因此由 600 °C 煅烧产物制备的 MOC 试

件抗压强度高于 500 °C 煅烧产物制备 MOC 试件抗压强度。

根据表 3 数据可知，由 600 °C 和 700 °C 煅烧产物制备的 MOC 试件中 P518 相含量差异不明显，而由图 8 可知，MOC 试件的微观结构存有差异。600 °C 煅烧产物制备的 MOC 试件的微观形貌较为均匀，且试件主要由较粗的棒状晶体与块状凝胶相晶体组成，粗的棒状晶体与较小的块状凝胶相穿插生长、相互堆积，织成密实的网状结构。700 °C 煅烧产物制备的 MOC 试件中棒状晶体含量减少，凝胶相增多，且凝胶相分布不均，试件内形成疏密不均的结构，导致 MOC 试件的密实性降低，MOC 试件抗外应力性能下降。

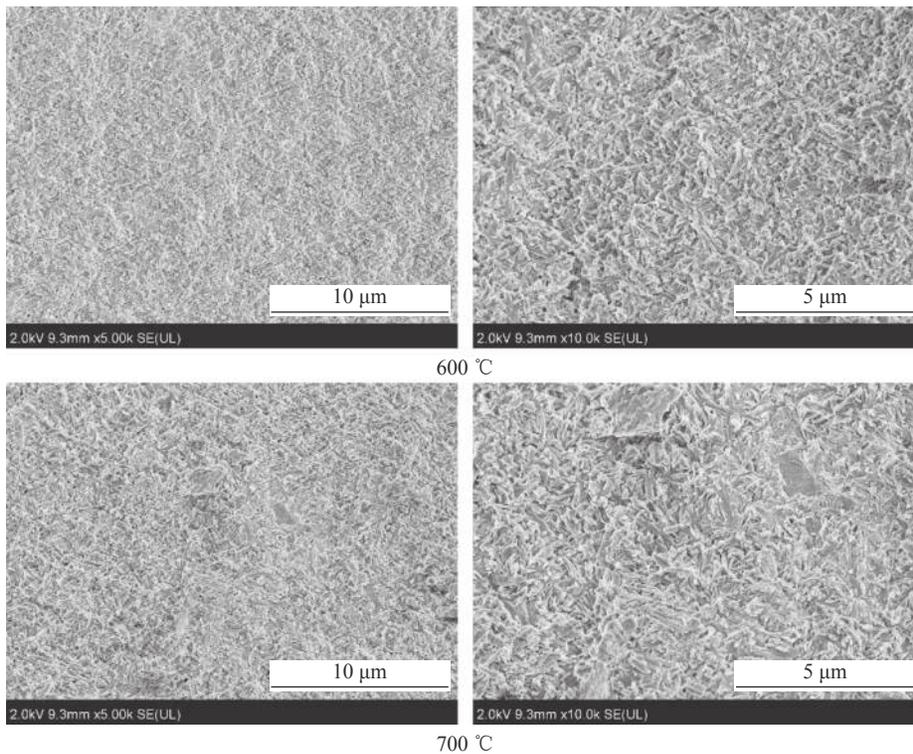


图 8 由不同煅烧产物制备的 MOC 试件的 28 d 龄期 SEM 形貌

Fig.8 SEM morphology of 28 day age of MOC specimens prepared from different calcinations

2.4.2 活性 MgO 与 MgCl₂ 摩尔比的影响

图 9 是由不同活性 MgO 与 MgCl₂ 的摩尔比制备 MOC 试件的 3、7 和 28 d 龄期抗压强度图。由图 9 可知，当 MgO 与 MgCl₂ 摩尔比为 6 时 MOC 试件的抗压强度较高，且随龄期增长，MOC 试件抗压强度逐渐增加。

图 10 是由不同活性 MgO 与 MgCl₂ 摩尔比制

备 MOC 试件的 28 d 龄期 XRD 图谱。采用 Topas 软件对 XRD 图谱进行定量分析，其结果见表 4。由表 4 可知，随着活性 MgO 与 MgCl₂ 摩尔比的增大，MOC 试件中 P518 含量逐渐降低，未反应完全的 MgO 含量逐渐增多。表明随 MgO 与 MgCl₂ 的摩尔比的增加，与 MgO 反应的 MgCl₂ 溶液质量逐渐减少，致使 MgO 的转化率降低，使得试件中

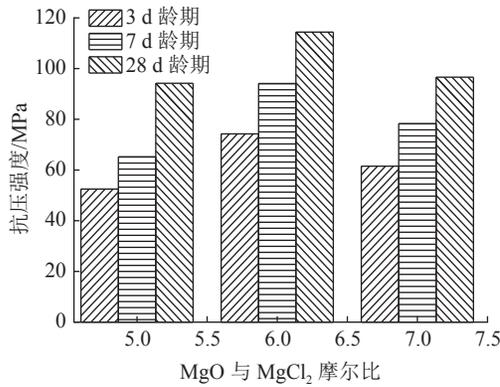


图9 由不同MgO与MgCl₂摩尔比制备的MOC试件的抗压强度

Fig.9 Compressive strength of MOC specimens prepared from different MgO and MgCl₂ molar ratios

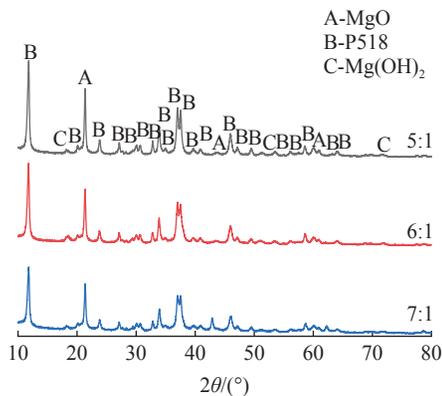


图10 由不同MgO与MgCl₂摩尔比制备的MOC试件的28d龄期XRD

Fig.10 XRD patterns of 28 day age of MOC specimens prepared from different molar ratios between MgO and MgCl₂

表4 由不同MgO与MgCl₂摩尔比制备的MOC试件的28d龄期物相及含量

Table 4 Crystalline Phases and their quantity of 28 day age of MOC specimens prepared from different molar ratios between MgO and MgCl₂

MgO与MgCl ₂ 摩尔比	P518	MgO	Mg(OH) ₂	SiO ₂	R
5	98.89	-	1.00	1.11	12.386
6	93.63	-	5.22	1.15	11.742
7	90.33	8.86	1.00	0.81	12.143

残留一定量的MgO。但MOC试件抗压强度变化趋势与P518含量变化趋势不一致，表明抗压强度还与MOC的其他性质有关。

图11是由不同活性MgO与MgCl₂摩尔比制备的MOC试件的28d龄期SEM形貌。由图可知，当活性MgO与MgCl₂摩尔比为5时，MOC试件中较多的棒状晶体，这些棒状晶体相互穿

插、搭接，形成疏松的网状结构。当活性MgO与MgCl₂摩尔比为7时，MOC试件中凝胶相为主要组成相，凝胶相之上附着少量不规则的片状晶体。但MOC试件中水化反应不均匀，不同形貌的晶体存在明显的界限，形成密实度不一的形貌结构，为力学性能表征带来不稳定因素。

综上所述，随着活性MgO与MgCl₂摩尔比的增大，与活性MgO反应的MgCl₂溶液质量逐渐减少，生成P518的含量逐渐降低。因此，当活性MgO与MgCl₂摩尔比为7时MOC试件中剩余一定量的MgO。且MOC试件主要由凝胶相构成，不同形貌的晶体边界明显，试件的抗压强度较低。当活性MgO与MgCl₂摩尔比为5时，MOC试件中存在大量的棒状晶体，不规则的棒状晶体织成多孔的网状结构，试件的抗压强度较致密的网状结构试件有一定降低。当活性MgO与MgCl₂摩尔比为6时，MOC试件中，棒状晶体与凝胶相织成的密实结构提高了MOC试件的抗压强度。

2.4.3 MgCl₂溶液波美度的影响

图12是由不同MgCl₂溶液波美度制备的MOC试件的3、7和28d龄期抗压强度图。由图12可知，当MgCl₂溶液波美度27时MOC试件的抗压强度较高，且随着龄期延长，不同波美度MgCl₂溶液制备的MOC抗压强度逐渐增长。随MgCl₂溶液波美度的增加，MOC试件中自由水的含量逐渐增加。当MOC浆料中自由水含量较低时，试件的流动性能下降，易造成试件内水化反应不均，且水化反应热不易被转移，不利于试件内晶体的生长。当试件中自由水含量较多时，试件的凝结时间减缓，试件的早期抗压强度较低^[12]。

图13是由不同波美度MgCl₂溶液制备MOC试件的28d龄期XRD。采用Topas软件对其进行定量分析，结果见表5。由表5可知，MOC试件中主要物相为P518，其含量大于90%，其余为Mg(OH)₂和SiO₂，且组分含量基本相当。表明MgCl₂溶液波美度对28d龄期MOC试件的物相组成影响较小。

图14是由不同波美度MgCl₂溶液制备的MOC试件的28d龄期SEM形貌。由图14可知，当MgCl₂溶液波美度为30时，MOC试件主要由凝胶相组成，凝胶相整体结构较为规整，棒状晶体附着于凝胶相表面或集中于凝胶相表面凹陷处，试件的

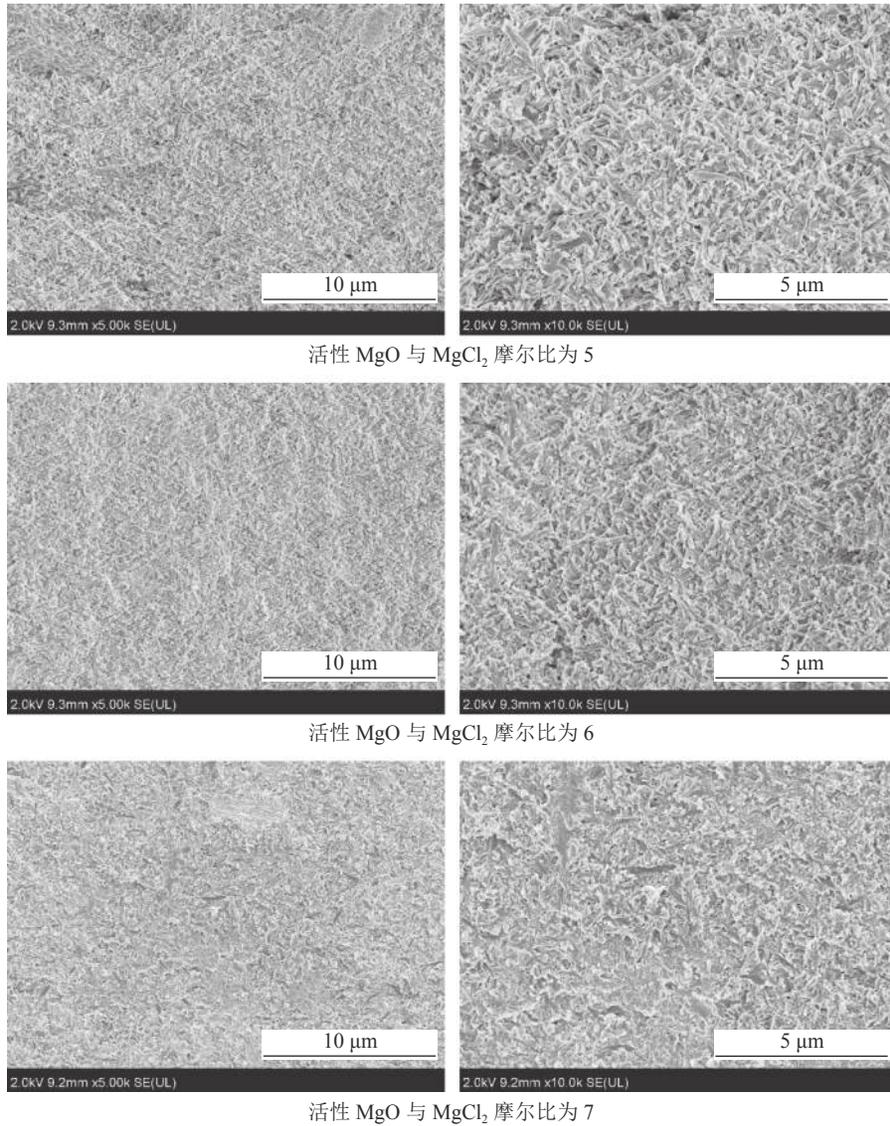


图 11 由不同 MgO 与 MgCl₂ 摩尔比制备的 MOC 试件的 28 d 龄期 SEM 形貌

Fig.11 SEM morphology of 28 day age of MOC specimens prepared from different molar ratios between MgO and MgCl₂

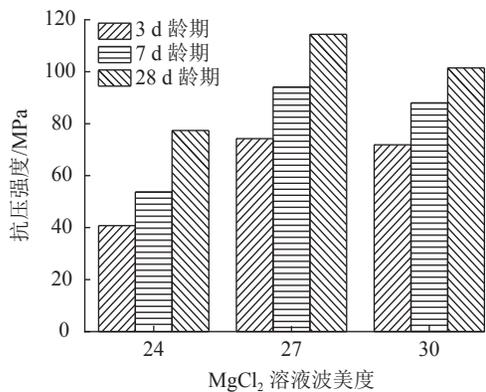


图 12 由不同波美度 MgCl₂ 溶液制备的 MOC 试件的抗压强度对比

Fig.12 Comparison of the compressive strength of MOC specimens prepared from MgCl₂ solution with different baume degrees

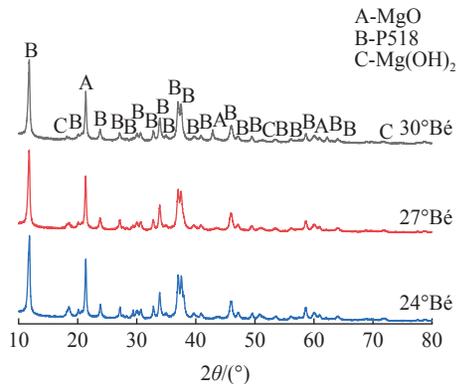


图 13 由不同波美度 MgCl₂ 溶液制备的 MOC 试件的 28 d 龄期 XRD

Fig.13 XRD patterns of 28 day age of MOC specimens prepared from MgCl₂ solution with different baume degrees

表5 由不同波美度MgCl₂溶液制备的MOC试件的28 d龄期物相及含量
Table 5 Crystalline phases and their quantity of 28 day age of MOC specimens prepared from MgCl₂ solution with different baume degrees

MgCl ₂ 溶液波美度/Bé	P518	MgO	Mg(OH) ₂	SiO ₂	R
30	91.79	-	7.09	1.12	11.475
27	93.63	-	5.22	1.15	11.742
24	92.59	1.00	6.63	0.79	11.281

密度提高，但试件中棒状晶体与凝胶相变边界明显，表明试件中存在水化反应不均的情况，这由该组试件中自由水含量较低引起。当MgCl₂溶

液波美度为27时，MOC试件中块状凝胶相与棒状晶体相互穿插，形成致密的网状结构，MOC试件的抗压强度提高。当MgCl₂溶液波美度为24时，MOC试件中引入较多的自由水，待试件中自由水逐渐蒸出后，留下较多的空隙，形成多孔的毛毡状结构，MOC试件的抗压强度欠佳。

3 结论

(1) 随煅烧温度的升高和保温时间的延长，MgO颗粒的比表面积逐渐降低；而MgO颗粒的粒径随煅烧温度的升高而呈现先降后增的趋势，700℃时颗粒的粒径收缩幅度较大，而800℃时小

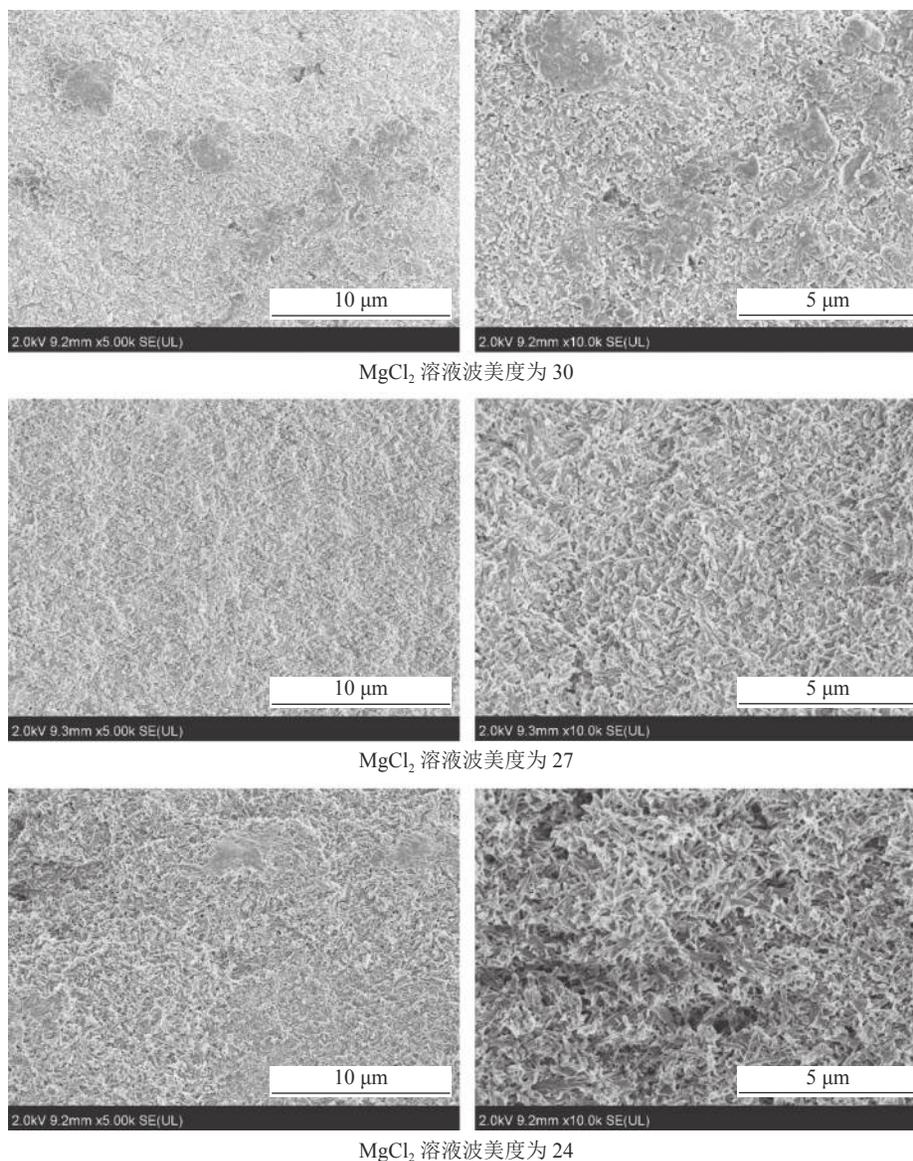


图14 由不同波美度MgCl₂溶液制备的MOC试件的28 d龄期SEM形貌

Fig.14 SEM morphology of 28 day age of MOC specimens prepared from MgCl₂ solution with different baume degrees

粒径的颗粒逐渐集聚成为较大粒径的颗粒。随保温时间的延长, MgO 颗粒的粒径呈先降低后增加的趋势, 保温 60 min 的煅烧产物粒径收缩幅度较大。

(2) 随煅烧温度的升高和保温时间的延长, MgO 的活性逐渐增加, 且高于 500℃ 时, 保温时间对 MgO 的活性影响较小。

(3) 随煅烧温度的升高和保温时间的延长, 煅烧产物的凝结时间逐渐延长, 且煅烧温度对凝结时间的影响更加明显。

(4) 当煅烧温度为 600℃, 活性 MgO 与 MgCl₂ 摩尔比为 6, MgCl₂ 溶液波美度为 27 时 MOC 试件的抗压强度较佳, 且 MOC 试件微观形貌主要由凝胶相与棒状晶体穿插、堆积而成, 试件的结构较为致密。

参考文献:

- [1] Yunsong J. Study of the new type of light magnesium cement foamed material[J]. *Mater Lett*, 2001, 50(1):28-31.
- [2] Misra A, Mathur R. Magnesium oxychloride cement concrete[J]. *Bull Mater*, 2007, 30(3):239-246.
- [3] Xu B W, Ma H Y, Hu C L, et al. Influence of cenospheres on properties of magnesium oxychloride cement-base composites[J]. *Mater Struct*, 2016, 49(4):1319-1326.
- [4] 张骋, 张展鹏, 张荣娟, 等. 高致密氧化镁陶瓷制备工艺优化[J]. *稀有金属材料与工程*, 2011, 40(S1):227-230.
- ZHANG P, ZHANG Z P, ZHANG R J, et al. Preparation process optimization of high-density magnesia ceramics[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2011, 40(S1):227-230.
- [5] Qianqian Ye, Yufei Han, Shifeng Zhang, et al. Bioinspired and biomineralized magnesium oxychloride cement with enhanced compressive strength and water resistance[J]. *Journal of Hazardous Materials*. 2020.
- [6] 王兆敏. 中国菱镁矿现状与发展趋势[J]. *中国非金属矿工业导刊*, 2006(5):6-8+23.
- WANG Z M. Present situation and development trend of magnesite in China[J]. *China Nonmetallic Mineral Industry Guide*, 2006(5):6-8+23.
- [7] 董金美, 余红发, 张立明. 水合法测定活性 MgO 含量的试验条件研究[J]. *盐湖研究*, 2010, 18(1):38-41.
- DONG J M, YU H F, ZHANG L M. Study on the experimental conditions for the determination of active MgO content by water method[J]. *Salt Lake Research*, 2010, 18(1):38-41.
- [8] 张旭, 冯雅静, 王志, 等. 氢氧化钠制备氢氧化镁阻燃热解特性研究[J]. *消防科学与技术*, 2018, 37(3):379-380+413.
- ZHANG X, FENG Y J, WANG Z, et al. Study on flame retardant pyrolysis characteristics of magnesium hydroxide prepared from sodium hydroxide[J]. *Fire Science and Technology*, 2018, 37(3):379-380+413.
- [9] 李维翰, 尚红霞, 李盛栋. 轻烧氧化镁粉活性的研究[J]. *武汉钢铁学院学报*, 1992(1):30-37.
- LI W H, SHANG H X, LI S D. Study on activity of light-fired magnesium oxide powder[J]. *Journal of Wuhan Iron and Steel Institute*, 1992(1):30-37.
- [10] 刘涛, 马鹏程, 于景坤, 等. 氢氧化镁热分解法制备活性氧化镁(英文)[J]. *硅酸盐学报*, 2010(7):193-196.
- LIU T, MA P C, YU J K, et al. Preparation of active magnesium oxide by thermal decomposition of magnesium hydroxide[J]. *Journal of the Chinese Ceramic Society*, 2010(7):193-196.
- [11] 崔鑫, 邓敏. 煅烧制度对 MgO 活性的影响[J]. *南京工业大学学报(自然科学版)*, 2008, 30(4):52-55.
- CUI X, DENG M. Effect of calcination system on MgO activity[J]. *Journal of Nanjing University of Technology (Natural Science Edition)*, 2008, 30(4):52-55.
- [12] Abdel-Gawwad HA, Khalil KA. Preparation and characterization of one-part magnesium oxychloride cement[J]. *Construction and Building Materials*, 2018, 189(20):745-750.

(下转第 57 页)