

且结构中存在活性阳离子,使其具有一定的火山灰活性^[2]。本文以太原同翔金属镁有限公司的镁渣为原料,采用高温固相法制备了 $C_2AS-CAS_2$ (C_2AS 为钙黄长石 $Ca_2Al_2SiO_7$ 简写, CAS_2 为钙长石 $CaAl_2Si_2O_8$ 简写)复相耐火材料,并对其物相、耐压强度、线收缩率、抗水化性能及抗热震性进行研究。

1 实验

1.1 原料及配方

实验原料:太原市同翔金属镁有限公司镁渣,主要化学组成 CaO (wt%) = 66.58%、 SiO_2 (wt%) = 22.79%、 Al_2O_3 (wt%) = 1.12%、 Fe_2O_3 (wt%) = 2.52%;山西阳泉高岭土,主要化学组成 CaO (wt%) = 2.79%、 SiO_2 (wt%) = 47.01%、 Al_2O_3 (wt%) = 35.06%、 Fe_2O_3 (wt%) = 0.28%;氧化铝,天津试剂厂, Al_2O_3 (wt%) = 94%。

实验配方 (wt%) 为: 镁渣 42.58%, 高岭土 29.86%, Al_2O_3 27.56%。

1.2 材料制备

将上述原料放在 DH-101 热恒温鼓风干燥箱内 90 °C 下干燥 12 h, 以排除原料吸附的水分。按实验

配方配料, 以水为研磨介质在行星球磨机中球磨混料 30 min。然后在 110 °C 下干燥, 并添加 4 wt% 的塑化剂造粒, 在 25 MPa 的压力下压制成直径 21 mm, 高度 2 mm ~ 3 mm 的试样。将试样置于 KBF1700 箱式炉内, 以 5 °C/min 的升温速率分别加热至 1 250 °C 和 1 300 °C, 保温 30 min 后随炉冷却。

1.3 材料表征

利用日本理学 D/max-2500 型 X 射线衍射仪 (CuK α 线) 分析试样物相, 利用日本日立 S-4800 型场发射扫描电子显微镜观察试样显微结构, 利用 WI-25 型 25 吨万能材料试验机测试试样耐压强度, 利用游标卡尺测量烧结前后试样尺寸以确定尺寸偏差, 利用热水实验法测试试样抗水化性能, 利用循环热冲击法测试试样的抗热震性。

2 结果与讨论

2.1 不同烧结温度对试样的影响

图 1 为 1 250 °C 与 1 300 °C 下烧结试样表面与断面的 SEM 照片。由 SEM 照片中的形貌可知: 1 250 °C 下烧结的试样表面光滑、无裂纹, 结构致密, 且表面和断面的气孔率均小于 1 300 °C 下烧结的

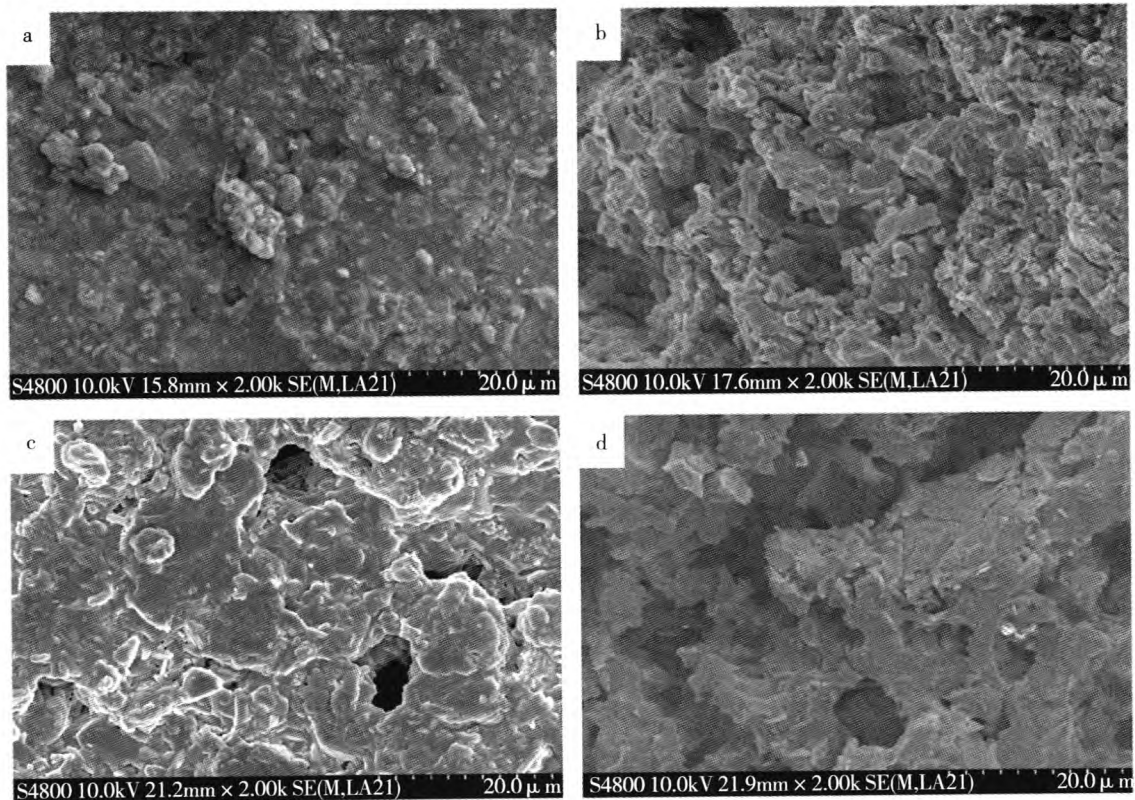


图 1 不同烧结温度下试样的 SEM 照片

Fig. 1 The SEM of samples at different temperature

试样,1 300 °C 下烧结的试样表面有裂纹且弯曲。利用阿基米德排水法测得 1 250 °C 烧结试样密度为 1.639 g/cm³;利用 WI-25 型 25 t 万能材料试验机对 1 250 °C 下烧出试样进行耐压测试,试样耐压 2.05 吨,试样的直径约为 20 mm,压力换算成压强后约为 65.3 MPa。

2.2 XRD 分析

图 2 为 1 250 °C 下烧结试样在水化前后的 X 射线衍射图。

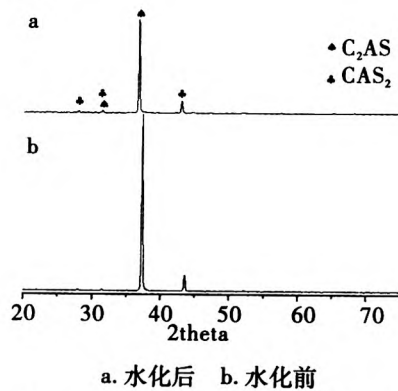


图 2 试样水化前后 X 射线衍射图
Fig. 2 The XRD of the samples

由图可见,水化前后试样的主晶相均为 C₂AS

和 CAS₂,所制备的试样为 C₂AS-CAS₂ 复相材料。水化后试样的 XRD 峰稍稍向左偏移,根据布拉格方程计算和 XRD 分析是晶格参数变大所致。

2.3 几何尺寸偏差

表 1 为 1 250 °C 烧结试样在烧结前后的线收缩率。由表可知:横向线收缩率平均为 3.5%,纵向线收缩率平均为 4.2%,说明试样的线收缩率较小且比较稳定。

表 1 试样烧结前后的几何尺寸

Tab. 1 The dimension of samples before and after sintered

坯体	1#		2#		3#	
	D/mm	h/mm	D/mm	h/mm	D/mm	h/mm
烧结前	21.02	2.80	21.10	2.35	20.89	2.66
烧结后	20.30	2.68	20.36	2.25	20.16	2.55
线收缩率%	3.4	4.3	3.5	4.2	3.5	4.1
平均线收缩率	横向 D 线收缩为 3.5%,纵向 h 线收缩率为 4.2%					

2.4 抗水化性能

通过热水实验法测定材料的抗水化性能^[9]。图 3 为 1 250 °C 烧结试样经 5 h 沸水浴后的表面与断面 SEM 照片,图 4 为水化实验后试样表面棒状物的能谱图。

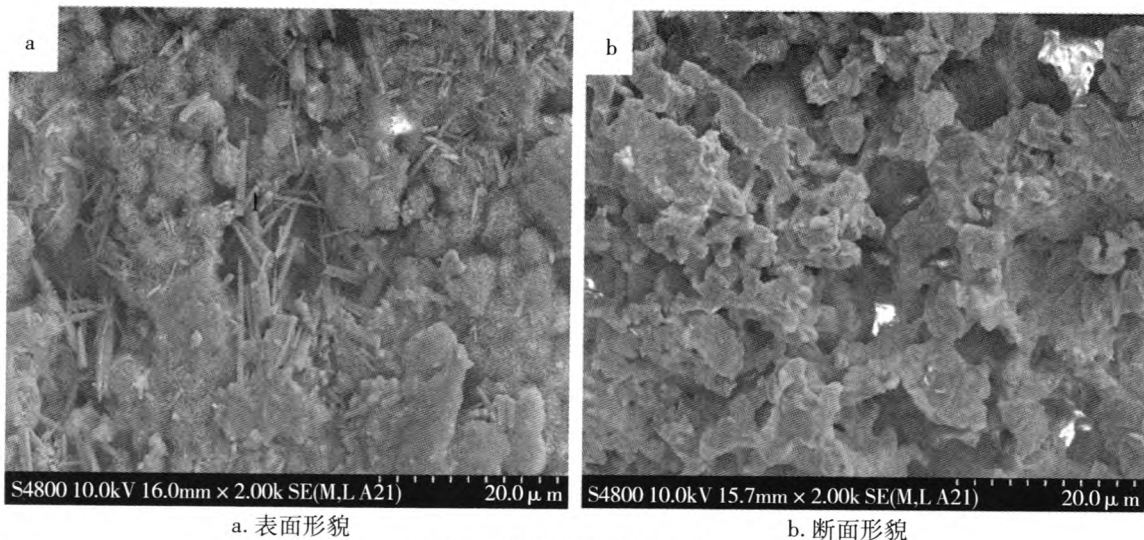


图 3 试样水化后 SEM 图
Fig. 3 The SEM of the hydrated sample

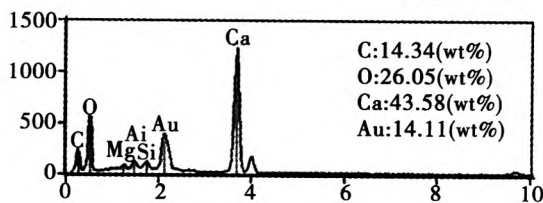


图 4 试样水化后表面棒状物 1 点能谱
Fig. 4 The EDS of point (1) at Fig. 3 (a)

水化实验后可见试样表面无粉化和明显裂纹出现,由 SEM 图可见:仅在试样表面有棒状或针状物生成,结合能谱图可知,棒状或针状物为 CaCO₃。水化反应过程为试样表面游离的 CaO 首先与沸水反应生成毛茸状 Ca(OH)₂,而后 Ca(OH)₂ 与空气中的 CO₂ 反应生成棒状或针状 CaCO₃^[7]。水化反应仅在试样的表面发生,在试样内部无水化反应发

生,说明试样抗水化性能良好。

2.5 抗热震性能

采用循环热冲击法^[10]测试试样的抗热震性能,即将试样在上海实验电炉厂坩埚型电阻炉(SG-1.5-10型)中于500℃保温15min后取出,并投入沸水中沸水浴5min,后取出观察有无裂纹,完成一次循环热冲击实验。图5为不同次循环热冲击试样的表面和断面SEM照片。

由SEM图可见,试样表面和断面均无裂纹出现,且热冲击前后试样的断面相貌未发生明显变化。经10次循环热冲击的试样表面有毛茸状Ca(OH)₂生成(如图5(a)所示),经15次循环热冲击的试样表面有棒状及针状CaCO₃生成,如图5(c)所示。循环热冲击后试样表面水化产物的不同,主要是因与空气接触时间长短不同而异,10次循环热冲击水化反应产物主要是Ca(OH)₂,而Ca(OH)₂却未充分与CO₂接触导致生成的CaCO₃量较少且

未形成棒状或针状,15次循环热冲击后,Ca(OH)₂充分与CO₂接触生成大量CaCO₃且形成规则的棒状或针状晶体。说明该材料的抗热震性能良好。

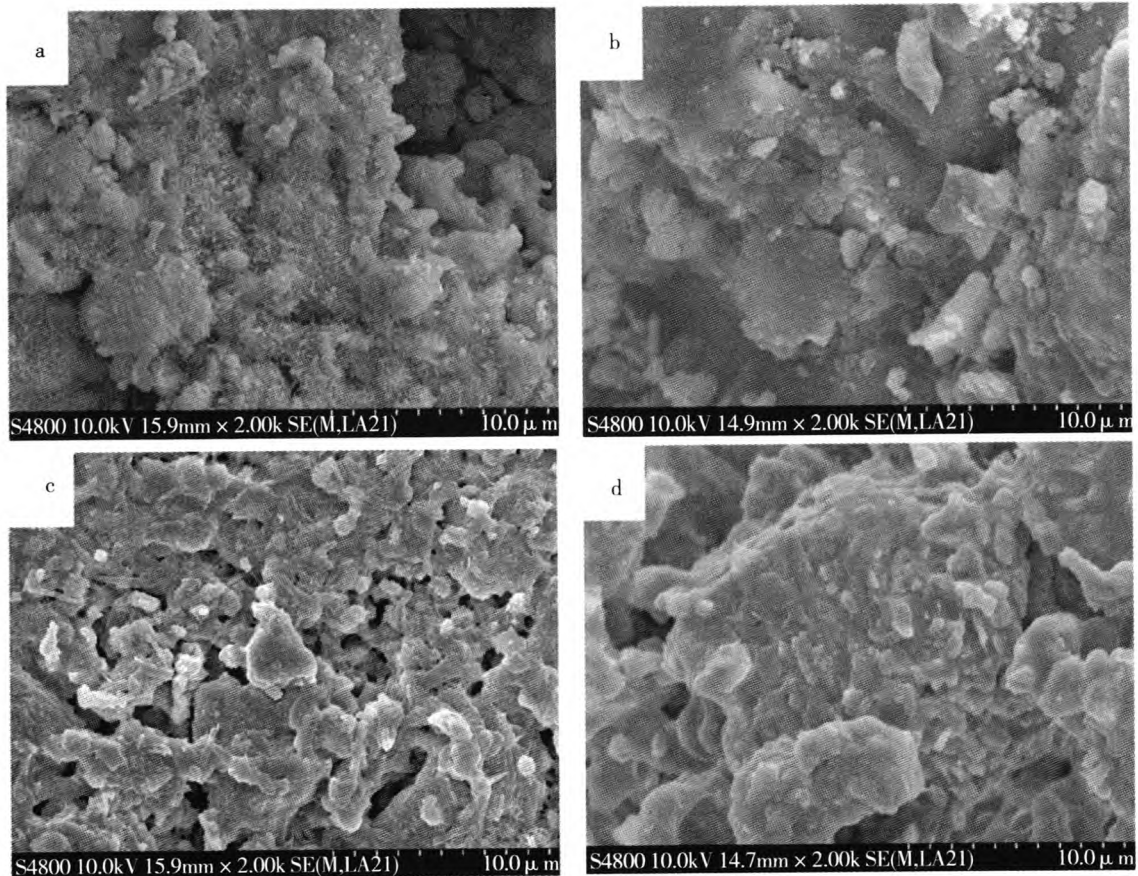
3 结论

(1) 以镁渣、高岭土和Al₂O₃为原料,在1250℃下常压烧结可以制备主晶相为C₂AS和CAS₂的C₂AS-CAS₂复相耐火材料,其密度为1.639g/cm³、耐压强度为65.3MPa。

(2) 烧结前后试样的横向线收缩率及纵向线收缩率分别为3.5%和4.2%,一致性较好,可以保证烧结后的试样具有较为一致的几何尺寸。

(3) 水化反应仅在C₂AS-CAS₂复相耐火材料的表面发生,具有良好的抗水化性能。

(4) C₂AS-CAS₂复相耐火材料在500℃↔100℃间经过10次、15次循环热冲击后,在断面及表面处未发现裂痕,说明其具有良好抗热震性能。



(a)10次、表面;(b)10次、断面;(c)15次、表面;(d)15次、断面

图5 不同热震次数的表面和断面形貌图

Fig. 5 The SEM of samples after thermal shock

参考文献:

- [1]肖力光,王思宇,雒锋. 镁渣等工业废渣应用现状的研究及前景分析[J]. 吉林建筑工程学院学报,2008,25(1):1-7.
- [2]赵爱琴. 利用镁渣研制新型墙体材料[J]. 山西建筑,2003(17):48-49.
- [3]丁庆军,李悦,胡曙光,等. 镁渣作水泥混合材的研究[J]. 水泥工程,1998(3):37-39.
- [4]吴建锋,梁凤,徐晓虹,等. 镁渣多孔陶瓷滤球气孔率的调控[J]. 陶瓷学报,2010,31(1):20-24.
- [5]任玉生,徐宁. 金属镁废渣在循环流化床锅炉烟气脱硫中的应用[J]. 再生资源与循环经济,2008,1(2):38-40.
- [6]冯芙蓉,柴跃生,田玉明,等. 烧结制度对钙长石质耐火材料显微结构的影响[J]. 材料科学,2012(2):83-88.
- [7]YUMING TIAN,ZHENG GUAN LIU,PINBO BAI, et al. Study on Hydration Resistance property of Gehlenite-Forsterite Refractory Material [J]. Advanced Materials Research,2012,(391-392):447-451.
- [8]YUESHENG CHAI,YAN QIU,PINBO BAI, et al. Study on the Application of High Calcium Magnesium Slags to Light Heat-insulation Refractory Materials[J]. Advanced Materials Research,2012,(391-392):462-466.
- [9]于景坤,姜茂发. 耐火材料性能测定与评价[M]. 北京:冶金工业出版社,2001.
- [10]全国耐火材料标准化技术委员会. 耐火材料标准汇编(下)[M]. 北京:中国标准出版社,2005.

Preparation and Properties of C₂AS-CAS₂ Composite Refractory

TIAN Yu-ming¹, BAI Pin-bo¹, Qiu Yan¹, QIN Yu-xing², MA Ban-shuan¹, HU Peng-fei¹, CHAI Yue-sheng¹

(1. Mg & Mg-Alloy Eng Tech Research Center, Taiyuan University of Science and Technology, Taiyuan 030024, China; 2. State Intellectual Property Office, Beijing 100083, China)

Abstract: To make full use of magnesium slags, the C₂AS-CAS₂ composite refractory was sintered by using magnesium slags, kaolin and Al₂O₃ at normal pressure. The phases, microscopy, compressive strength, size deviation, thermal shock and anti-hydration property of samples were analyzed by XRD, FE-SEM, EDS, mechanical testing and others techniques. The results show that the main phases of the samples are C₂AS and CAS₂; the compressive strength is up to 65.3 Mpa; the samples have well anti-hydration property and thermal shock resistance.

Key words: C₂AS-CAS₂, refractory, anti-hydration, thermal shock

C2AS-CAS2复相耐火材料的制备及其性能研究

作者: [田玉明](#), [白频波](#), [邱龚](#), [秦宇星](#), [马半栓](#), [胡鹏飞](#), [柴跃生](#), [TIAN Yu-ming](#), [BAI Pin-bo](#), [Qiu Yan](#), [QIN Yu-xing](#), [MA Ban-shuan](#), [HU Peng-fei](#), [CHAI Yue-sheng](#)

作者单位: [田玉明,白频波,邱龚,马半栓,胡鹏飞,柴跃生,TIAN Yu-ming,BAI Pin-bo,Qiu Yan,MA Ban-shuan,HU Peng-fei,CHAI Yue-sheng\(太原科技大学镁及镁合金工程中心,太原,030024\)](#), [秦宇星,QIN Yu-xing\(国家知识产权局,北京,100083\)](#)

刊名: [太原科技大学学报](#)

英文刊名: [Journal of Taiyuan University of Science and Technology](#)

年, 卷(期): [2013, 34\(1\)](#)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_tyzxjxyxb201301006.aspx