

文章编号:1007-9629(2022)02-0117-07

偏高岭土对水化硅酸镁水泥结构与性能的影响

王梓涵^{1,2}, 毕万利^{1,2,*}, 房 卉^{1,2}, 张婷婷^{2,3}, 滕莹雪^{1,2}

(1. 辽宁科技大学 材料与冶金学院, 辽宁 鞍山 114051;

2. 辽宁科技大学 科大峰驰镁建材研究院, 辽宁 鞍山 114051;

3. 大连理工大学 建设工程学部, 辽宁 大连 116024)

摘要:将偏高岭土引入水化硅酸镁水泥中并测定其抗压强度、pH 值,同时研究其物相组成和微观结构.结果表明:偏高岭土掺量小于 10% 时,可以提高水化硅酸镁水泥的 28 d 抗压强度,其中偏高岭土掺量为 8% 时,水化硅酸镁水泥的 28 d 抗压强度提高了 60.9%;偏高岭土中的 Al_2O_3 参与了反应,导致体系的水化程度增大,偏高岭土掺量为 8% 时体系的水化程度最大,质量损失比空白组高 3.08%;偏高岭土会导致水化硅酸镁水泥体系的 pH 值升高,随着偏高岭土掺量的增加,硅灰溶解量减少,影响了水化硅酸镁的生成.

关键词:偏高岭土;水化硅酸镁水泥;微观结构;水化硅酸镁;水化硅酸镁铝

中图分类号:TU528.31

文献标志码:A

doi:10.3969/j.issn.1007-9629.2022.02.002

Effect of Metakaolin on Structure and Properties of Hydrated Magnesium Silicate Cement

WANG Zihan^{1,2}, BI Wanli^{1,2,*}, FANG Hui^{1,2}, ZHANG Tingting^{2,3}, TENG Yingxue^{1,2}

(1. College of Materials and Metallurgy, University of Science and Technology Liaoning, Anshan 114051, China;

2. Research Institution of Keda Fengchi Magnesium Building Materials, University of Science and Technology

Liaoning, Anshan 114051, China; 3. Faculty of Infrastructure Engineering, Dalian University of Technology,

Dalian 116024, China)

Abstract: Metakaolin was introduced into the hydrated magnesium silicate cement and the compressive strength and pH value of the hydrated magnesium silicate cement were measured. The phase and microstructure of the hydrated magnesium silicate cement mixed with metakaolin were analyzed. The results show that the compressive strength of the magnesium silicate hydrate can be improved by adding less than 10% metakaolin, and the compressive strength of the magnesium silicate hydrate can be increased by 60.9% when 8% metakaolin is added. Al_2O_3 in metakaolin participates in the reaction, which leads to the increase of hydration degree of the system. The hydration degree is the largest when the content of metakaolin is 8% and the mass loss is 3.08%, which is higher than that of the blank group. The pH value of the hydrated magnesium silicate cement system is increased by metakaolin, and the amount of silica fume dissolved decreases with the increase of the content of metakaolin, which affects the formation of hydrated magnesium silicate.

Key words: metakaolin; hydrated magnesium silicate cement; microstructure; M-S-H; M-A-S-H

水化硅酸镁(M-S-H)是在与黏土^[1-4]接触的水泥 基材料的界面区域被发现的.水化硅酸镁水泥的水

收稿日期:2020-11-02; 修订日期:2020-11-30

基金项目:辽宁省镁产业协同创新中心开放课题基金项目(USTLXT 201803);辽宁科技大学校基金项目(2018FW02)

第一作者:王梓涵(1994—),男,辽宁丹东人,辽宁科技大学硕士生.E-mail: aswzh7@126.com

通讯作者:毕万利(1963—),男,辽宁鞍山人,辽宁科技大学教授,硕士生导师,硕士.E-mail: asbwl@126.com

化产物主要是M-S-H凝胶,具有优异的流动性和耐高温性能^[5],可以用作耐火浇注料^[6].水化硅酸镁水泥具有pH值低的特点,可以用于稳定核废料或含重金属废料^[7-8].

为了提高硅酸盐水泥的强度和耐久性,降低水泥的成本,波特兰水泥中也采用偏高岭土(MK)对其进行改性^[9].MK是一种无定形硅铝氧化物的混合物^[10-11],由高岭土在600~900℃条件下煅烧制备而成,具有优异的火山灰活性^[10-11].近年来,MK广泛应用于硅酸盐水泥基材料中,能够显著提高硅酸盐水泥和磷酸镁水泥的强度,改善其硬化性能^[12-14].但是,MK改性镁水泥的研究却很少.由于硅酸盐水泥的主要水化产物是C-S-H,与M-S-H具有相似之处,因此可以考虑通过掺入MK来改善水化硅酸镁水泥的强度等性能.目前,自然界中类似M-S-H的矿物相中都可以存在Al³⁺^[14],如蒙脱石、皂石、蛭石等^[15].这些矿物相的特点都是八面体层中的Mg²⁺可以被Al³⁺取代,因此M-S-H也有可能具有结合Al³⁺的能力.

本文将MK掺加到水化硅酸镁水泥中,研究其抗压强度、酸碱度、物相和微观形貌,系统地分析MK对水化硅酸镁水泥性能的影响.

1 试验

1.1 原料

制备水化硅酸镁水泥的原材料包括轻烧氧化镁粉(LBM)、硅灰(SF)、减水剂和MK.LBM是菱镁尾矿经悬浮窑1100℃条件下煅烧而成,产自辽宁海城,水合法测定其活性MgO含量(质量分数,文中涉及的含量、掺量等除特别说明外均为质量分数)为75.50%,表1为其化学组成.SF选用Elkem AS Silicon Materials生产的951U型微硅粉.减水剂采用分析纯(NaPO₃)₆,产自天津市瑞金特化学品有限公司.图1为LBM、SF和MK的XRD图谱.由图1可见:LBM的主要组成是MgO;SF的组成为无定形SiO₂,是有利于与MgO反应的非晶态结构;MK的主要组成是无定形态的SiO₂和Al₂O₃.

表1 LBM、SF和MK的化学组成
Table 1 Chemical compositions of LBM, SF and MK

Material	MgO	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	Other
LBM	88.34	2.63	3.60	0.62	0.76		4.05
SF		95.80	1.25	0.50		1.07	1.38
MK	0.02	54.83	0.07	43.55	0.37	0.14	1.02

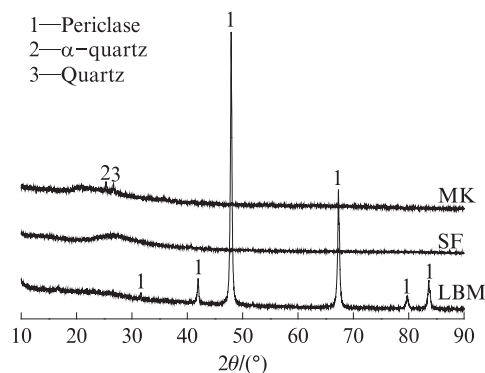


图1 轻烧氧化镁粉、硅灰和偏高岭土的XRD图谱
Fig. 1 XRD patterns of LBM, SF and MK

1.2 试样制备

表2为试验配合比,其中水灰比 $m_w/m_c=0.5$, (NaPO₃)₆掺量为2%(以固体总质量计).

表2 水化硅酸镁水泥的配合比
Table 2 Mix proportions of hydrated magnesium silicate cements

Sample	LBM	SF	MK
MK-0	400	600	0
MK-2	400	580	20
MK-5	400	550	50
MK-8	400	520	80
MK-10	400	500	100
MK-100	400	0	600

1.3 检测方法

采用荷兰帕纳科X'Pert Powder型X射线衍射仪(XRD)对水化硅酸镁水泥中的矿物相进行定性分析($\lambda_{Cu}=0.15418$ nm,管电压为40 kV,管电流为40 mA,扫描范围为5°~80°,步长为0.02°,间隔5 s);采用Agilent Technologies Cary 630型傅里叶红外光谱仪(FTIR)对水化硅酸镁水化试样中出现的官能团进行测试,检测的波数范围为450~4 000 cm⁻¹;采用德国蔡司SIGMAHD型扫描电子显微镜(SEM)检测水化产物的微观组成与结构;采用STA449F3型综合热分析仪(DSC-TG)测定水化产物的热稳定性,N₂气氛,以10℃/min的升温速率升温至1 300℃.

将水化后的试样粉磨并经77 μm(180目)的标准筛筛分,再将通过标准筛的粉末采用 $m(\text{水}):m(\text{固体})=10:1$ 混合搅拌24 h后,使用PHS-3C型pH计测试不同龄期的酸碱度.按照GB/T 50081—2019《混凝土物理力学性能试验方法标准》测试全部试样的1、3、7、14、28 d抗压强度.

2 结果与讨论

2.1 水化 28 d 试样水化产物的定性分析

图 2、3 分别为不同 MK 掺量水化硅酸镁水泥水化 28 d 的 XRD 图谱和 FTIR 图谱。由图 2 可见:水化 28 d 后,各试样在 42° 、 62° 左右都有明显的 MgO 特征峰;除了 MK-100 以外,其余各试样都出现了 M-S-H 的特征峰(19.7° 、 35.0° 、 59.9°)^[16]。因此,MK 中虽然有无定形态的 SiO_2 且具有较高的火山灰活性^[17],但是 MK 完全代替 SF 体系中并没有 M-S-H 的弥散峰。

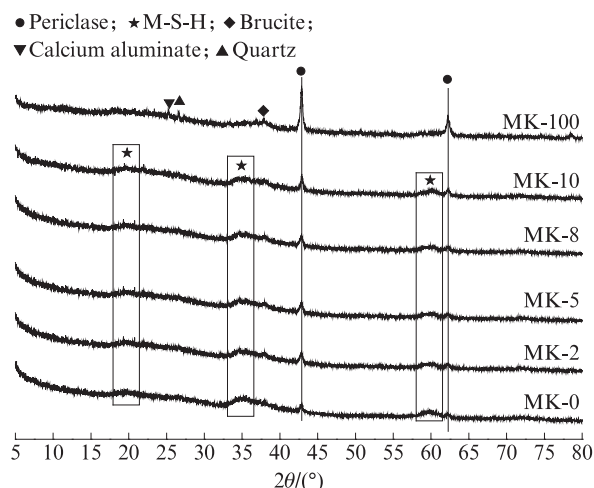


图 2 不同 MK 掺量水化硅酸镁水泥水化 28 d 的 XRD 图谱

Fig. 2 XRD patterns of hydrated magnesium silicate cement with different MK contents after 28 d hydration

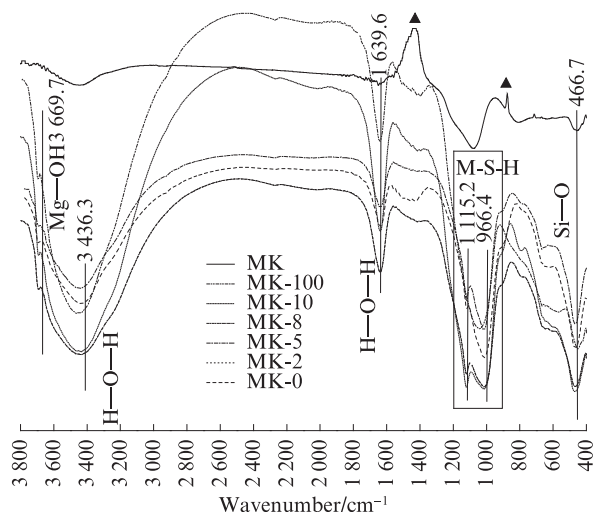


图 3 不同 MK 掺量水化硅酸镁水泥水化 28 d 的 FTIR 图谱

Fig. 3 FTIR spectra of hydrated magnesium silicate cement with different MK contents after 28 d hydration

由图 3 可见:(1)MK 原料在 1460 cm^{-1} 处有较强的吸收谱带,在 $400\sim 1000\text{ cm}^{-1}$ 之间有振动吸收谱带,这些吸收带是纳米 Al_2O_3 的特种吸收带^[18-19]。将 MK 掺入体系后,所有样品中该吸收谱带全部消失,说明 Al_2O_3 参与了反应。(2) $70\sim 920\text{ cm}^{-1}$ 和 $950\sim 1100\text{ cm}^{-1}$ 吸收谱带由 Si-O 振动引起,是 M-S-H 形成的标志^[20]。MK-100 在 $950\sim 1100\text{ cm}^{-1}$ 处只有 1 个伸缩振动峰, 1115.2 cm^{-1} 处的峰向 966.4 cm^{-1} 方向发生了红移^[18],即峰位向红光段移动,波数降低,基团更不稳定,说明 MK-100 发生了酸性或者空间结构的变化。将 MK 完全代替 SF,体系中形成的 M-S-H 很少或者没有,体系中没有形成新的结晶相。XRD 不能完全对凝胶相的水化产物进行定性,但通过 FTIR 光谱发现 MK 中的 Al_2O_3 发生了反应。

2.2 水化 28 d 试样的微观结构

图 4 为 MK-0 和 MK-100 水化 28 d 的 SEM 图像。由图 4 可见:(1)MK-0 中有少量的板状 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 、球型的 SF 颗粒以及基体中主要的水化产物 M-S-H;M-S-H 在整个体系中呈凝胶状,主要作用是填充体系,也是体系强度的主要来源。Qin 等^[21]发现,在 MK 表面可以发生晶体的结晶和凝胶态的聚集,因此在引入 MK 后,其表面发生了 M-S-H 的凝聚,可以促进 M-S-H 更加有序地生长(见图 5),有助于形成更均匀的微观结构。(2)随着 MK 掺量的增加,微观结构变得复杂,体系结构逐渐变得不规则,不是由明显的凝胶相构成,体系中有部分未反应的球型颗粒,并且结构不致密,所以其抗压强度也应低于其他组。

由图 5 可见:中间部分 Mg 元素和 O 元素较多, Si 元素较少,说明中间板状物质为 $\text{Mg}(\text{OH})_2$; Al 元素分布比较均匀,表明 MK 发生溶解或参与化学反应,体系主要呈现出凝胶相。

现有研究发现, M-S-H 的结构类似于滑石的层状硅酸盐结构^[22]。层状硅酸盐的特点是由 $[\text{SiO}_4]$ 四面体的 3 个公共氧连接成硅氧层,并且每个 $[\text{SiO}_4]$ 四面体以公共氧作为顶点连接^[23];每个 $[\text{SiO}_4]$ 四面体中都有 1 个活性氧 O^{2-} 未饱和,其中相邻的 2 个 O^{2-} 连接 1 个 Mg,形成 M-S-H(部分的单层结构示意图见图 6(a))。在 $\text{MgO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ 体系中引入 Al_2O_3 ,活性氧 O^{2-} 容易与体系中的 Al^{3+} 结合^[21],当 M-S-H 体系中引入 Al^{3+} 后,会形成部分 M-A-S-H(单层结构示意图见图 6(b)),这一观点也被 Bernard 证实,他发现 Al 的掺入可以通过八面体 MgO 中存在的空位来部分补偿,如蒙脱石^[14]。

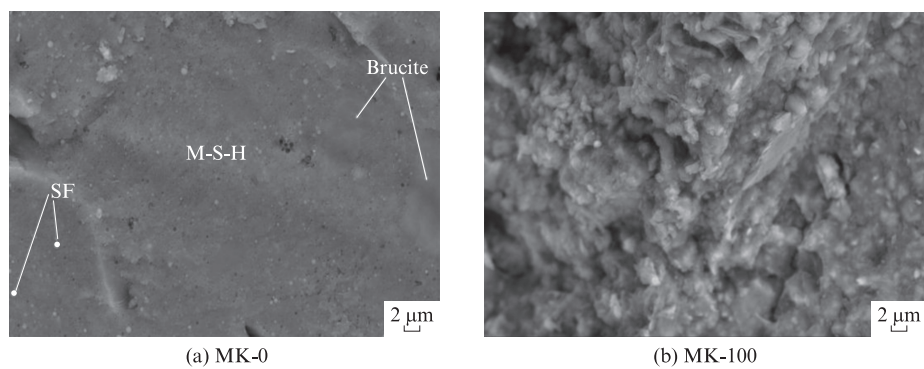


图4 MK-0和MK-100水化28 d的SEM图像
Fig. 4 SEM images of MK-0 and MK-100 after 28 d hydration

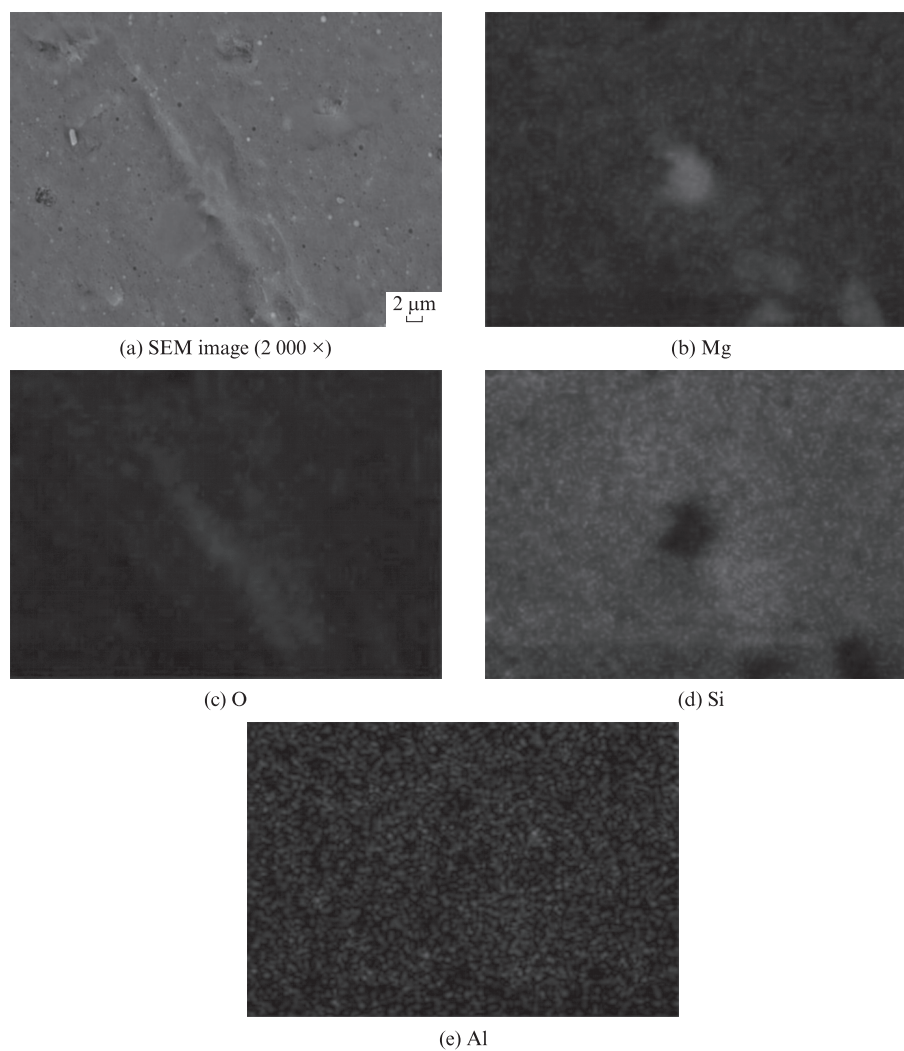


图5 MK-8水化28 d的微观形貌和元素分布
Fig. 5 Microstructure and element distribution of MK-8 after 28 d hydration



图6 M-S-H和M-A-S-H的单层结构示意图
Fig. 6 Single layer structure diagram of M-S-H and M-A-S-H

图7为不同MK掺量水化硅酸镁水泥水化28 d的孔径分布.由图7可见:MK-0、MK-10、MK-100的进汞量分布不均匀,在1 000~10 000 nm中出现2个峰值,MK-2、MK-5、MK-8仅有1个峰值,说明MK-0、MK-10以及MK-100中存在大孔(>100 nm);随着MK的掺入,MK-2、MK-5、MK-8中的大孔数量减少,但MK掺量大于10%时,试样中的大孔数量增大.

图8为水化硅酸镁水泥水化28 d的累积孔表面积分布.由图8可见:水化硅酸镁水泥的累积孔表面积随着孔径尺寸的降低而增加;累积孔表面积在孔径小于10 nm时,有显著的增加趋势,说明水化硅酸镁水泥中主要以小于10 nm的凝胶孔为主;MK-100与MK-10的最大累积孔表面积较大,分别为13.62、11.58 m²/g;孔结构的差异以及孔径的增加会对水化硅酸镁水泥试样的抗压强度有负面影响.

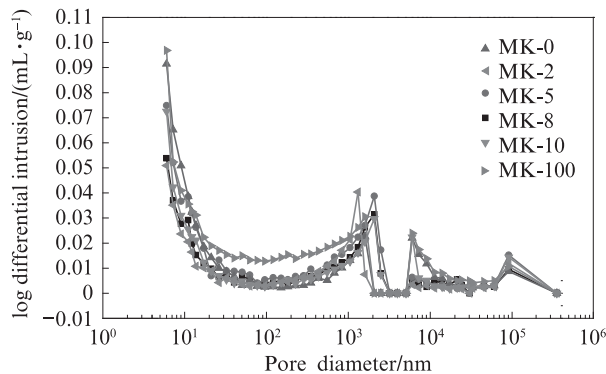


图7 不同MK掺量水化硅酸镁水泥水化28 d的孔径分布

Fig. 7 Pore size distribution of hydrated magnesium silicate cement with different MK contents after 28 d hydration

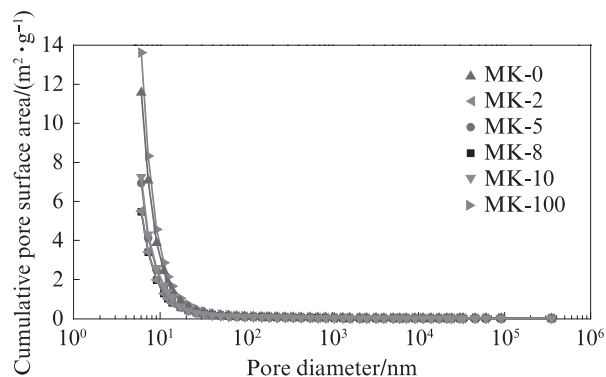


图8 不同MK掺量水化硅酸镁水泥水化28 d的累积孔表面积分布

Fig. 8 Cumulative pore surface area distribution of hydrated magnesium silicate cement with different MK contents after 28 d hydration

2.3 水化28 d试样的综合热分析

图9为不同MK掺量水化硅酸镁水泥水化28 d的DSC曲线.由图9可见:在100 °C的时候,试样均表现出失水,除MK-0外,其他试样在410 °C发生Mg(OH)₂分解;除MK-100外,所有试样都在840~860 °C左右存在明显的放热转变,这归因于非晶形的M-S-H分解生成了SiO₂和顽火辉石(MgSiO₃)或SiO₂和镁橄榄石(Mg₂SiO₄)^[24],说明MK-100并不能形成M-S-H或者形成M-S-H的量较少,这一结论与XRD、FTIR结果是一致的;水化程度和微观结构是影响水泥基材料性能的主要因素,MK-8、MK-10、MK-100在1 100 °C左右有1个吸热峰出现(见右侧局部放大图),说明掺入的MK参与反应,并在1 100~1 200 °C形成少量镁铝尖晶石(MgAl₂O₄)^[25].

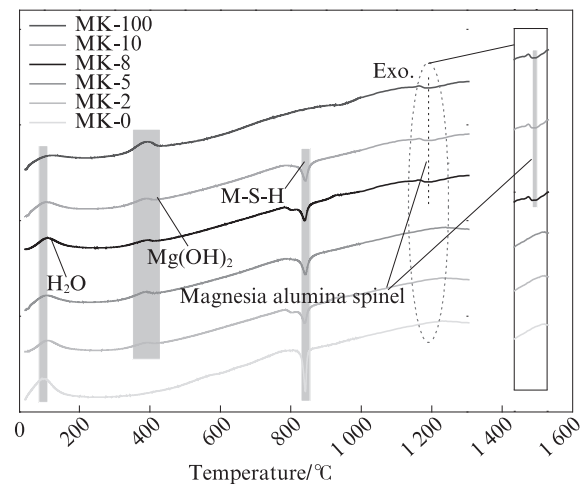


图9 不同MK掺量水化硅酸镁水泥水化28 d的DSC曲线

Fig. 9 DSC curves of hydrated magnesium silicate cement with different MK contents after 28 d hydration

图10为不同MK掺量水化硅酸镁水泥水化28 d的TG曲线.由图10可见:MK-8质量损失最多,为21.86%,MK掺量超过8%时的质量损失较少,MK-100质量损失最少;水化程度越高,质量损失越大,说明适量MK的引入会促进水化反应;将MK完全代替SF会因为体系中形成的M-S-H量较少或没有,导致体系质量损失最低.

2.4 不同水化龄期试样的抗压强度与pH值

图11不同MK掺量水化硅酸镁水泥不同水化龄期的抗压强度.由图11可见:水化硅酸镁水泥试样的抗压强度随着养护龄期的延长逐渐增大;水化1 d时的抗压强度比较低,均为7~8 MPa;水化28 d时,MK-8的抗压强度达66.8 MPa,与MK-0相比提升了

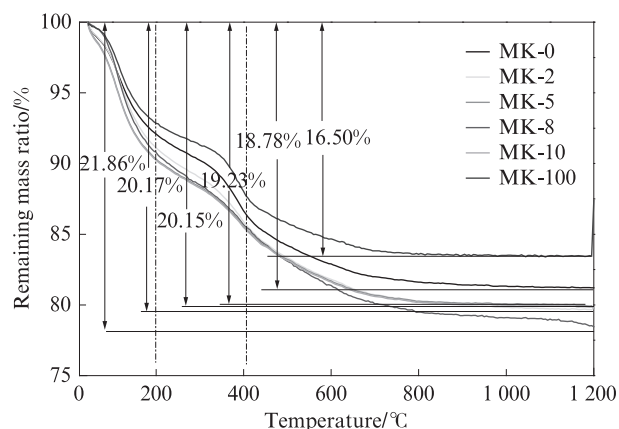


图10 不同MK掺量水化硅酸镁水泥水化28 d的TG曲线

Fig. 10 TG curves of hydrated magnesium silicate cement with different MK contents after 28 d hydration

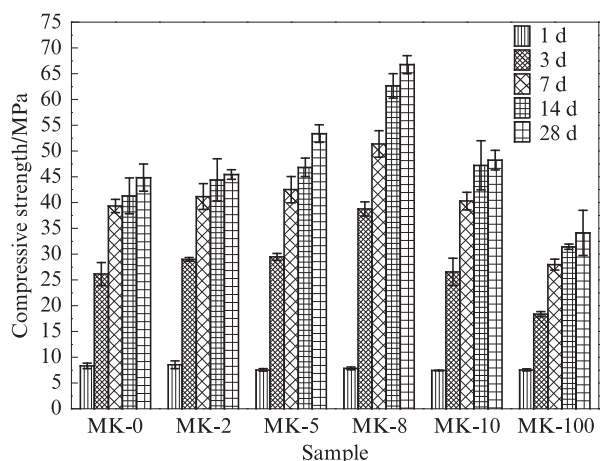


图11 不同MK掺量水化硅酸镁水泥不同龄期的抗压强度

Fig. 11 Compressive strength of hydrated magnesium silicate cement with different MK contents at different ages

60.9%,同时MK-2、MK-5、MK-10的抗压强度均比MK-0高;MK-100在不同龄期的抗压强度均低于MK-0.结果表明,虽然MK对水化硅酸镁水泥的1 d抗压强度几乎没有影响,但是掺入10%以内的MK可以明显提高水化硅酸镁水泥的28 d抗压强度.在水化硅酸镁水泥体系中,M-S-H是体系强度的主要来源.结合水化硅酸镁水泥的孔径分布结果,说明MK掺量超过10%以后,水化硅酸镁水泥体系的孔增多,会导致抗压强度降低.

试样pH值的变化是水化硅酸镁水泥体系的水化程度引起的.图12为水化硅酸镁水泥体系pH值的变化.由图12可见:(1)所有试样的pH值在3~7 d达到峰值,然后逐渐下降,其原因是 SiO_2 以及 Al_2O_3 溶解,导致pH值降低.这一发现也与MgO溶解沉淀理

论^[26]一致,即SF需要在较高的pH值范围($\text{pH}=10\sim 12$)溶解形成硅酸(HSiO_3^-). (2)早期MgO溶解,pH值升高,加入SF后下降的趋势很快,当活性较低的MK替代了SF,pH值升高,替代SF的量越多,pH值越高,从而导致生成的M-S-H越少. (3)与MK-0相比,MK-2、MK-5、MK-8、MK-10在28 d的pH值均在8.60~8.65,MK-100的pH值始终最高,说明溶解的SF量少,因而形成的M-S-H量少或者没有.适量MK引入水化硅酸镁体系会导致体系的pH值升高,影响体系的M-S-H生成量.MK的引入虽没有对早期抗压强度进行改善,但可以提高水化过程的pH值和28 d抗压强度.

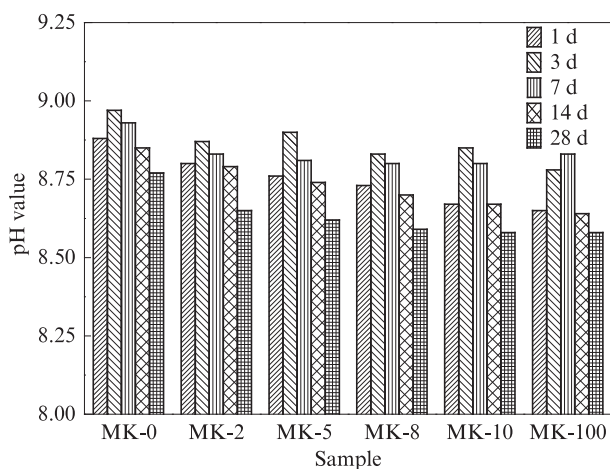


图12 不同MK掺量水化硅酸镁水泥不同龄期的pH值

Fig. 12 pH values of hydrated magnesium silicate cement with different MK contents at different ages

3 结论

(1)偏高岭土掺量小于10%时,可以提高水化硅酸镁水泥的28 d抗压强度,其中偏高岭土掺量为8%时,水化硅酸镁水泥的28 d抗压强度提高了60.9%.

(2)偏高岭土中的 Al_2O_3 参与了反应,导致体系的水化程度增大,偏高岭土掺量为8%时体系的水化程度最大,质量损失比空白组高3.08%.偏高岭土会导致水化硅酸镁水泥体系的pH值升高,随着偏高岭土掺量的增加,硅灰溶解量减少,影响了M-S-H的生成.

参考文献:

- [1] JENNI A, MÄDER U, LEROUGE C, et al. In situ interaction between different concretes and opalinus clay[J]. Physics and Chemistry of the Earth, 2014, 70:71-83.

- [2] DAUZERES A, ACHIEDO G, NIED D, et al. Magnesium perturbation in low-pH concretes placed in clayey environment-solid characterizations and modeling[J]. Cement and Concrete Research, 2016, 79:137-150.
- [3] CATHERINE L, GABOREAU S, GRANGEON S, et al. In situ interactions between opalinus clay and low alkali concrete[J]. Physics and Chemistry of the Earth, 2017, 99:3-21.
- [4] MÄDER U, JENNI A, LEROUGE C, et al. 5-year chemico-physical evolution of concrete-claystone interfaces, Mont Terri rock laboratory (Switzerland)[J]. Swiss Journal of Geosciences, 2017, 110(1):307-327.
- [5] CHABROL K, GRESSIER M, PEBERE N, et al. Functionalization of synthetic talc-like phyllosilicates by alkoxyorganosilane grafting[J]. Journal of Materials Chemistry, 2010, 20:9695-9706.
- [6] SZCZERBA J, PROROK R, ŚNIEŻEK E, et al. Influence of time and temperature on ageing and phases synthesis in the $\text{MgO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ system[J]. Thermochimica Acta, 2013, 567: 57-64.
- [7] ZHANG T T, CHEESEMAN C R, VANDEPERRE L J. Development of low pH cement systems forming magnesium silicate hydrate (M-S-H)[J]. Cement and Concrete Research, 2011, 41(4):439-442.
- [8] SAM A W, HAJIME K, SUSAN A B, et al. Structure and properties of binder gels formed in the system $\text{Mg(OH)}_2\text{-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ for immobilisation of magnox sludge[J]. Dalton Transactions, 2015, 44(17):8126-8137.
- [9] QIN Z H, MA C, ZHENG Z Q, et al. Effects of metakaolin on properties and microstructure of magnesium phosphate cement[J]. Construction and Building Materials, 2020, 234:117353.
- [10] XU B W, MA H Y, SHAO H Y, et al. Influence of fly ash on compressive strength and micro-characteristics of magnesium potassium phosphate cement mortars[J]. Cement and Concrete Research, 2017, 99:86-94.
- [11] WILD S, KHATIB J M, JONES A. Relative strength, pozzolanic activity and cement hydration in superplasticised metakaolin concrete[J]. Cement and Concrete Research, 1996, 26(10):1537-1544.
- [12] VANDEPERRE L J, LISKA M, AL-TABBAA A. Microstructures of reactive magnesia cement blends[J]. Cement and Concrete Composites, 2008, 30(8):706-714.
- [13] SIDDIQUE R, KLAUS J. Influence of metakaolin on the properties of mortar and concrete: A review[J]. Applied Clay Science, 2008, 43(3):392-400.
- [14] BERNARD E, LOTHENBACH B, CAU-DIT-COUMES C, et al. Aluminum incorporation into magnesium silicate hydrate (M-S-H) [J]. Cement and Concrete Research, 2020, 128: 105931.
- [15] BRIGATTI M F, GALÁN E, THENG B K G. Structure and mineralogy of clay minerals[J]. Developments in Clay Science, 2013, 5:21-81.
- [16] BONEN D, COHEN M D. Magnesium sulfate attack on portland cement paste-II. Chemical and mineralogical analyses[J]. Cement and Concrete Research, 1992, 22(4):707-718.
- [17] 高安平,崔学民.偏高岭土在水泥及混凝土领域的研究进展[J].广西大学学报(自然科学版),2006(增刊1):168-172.
GAO Anping, CUI Xuemin. The research progress of metakaolin in cement and concrete materials[J]. Journal of Guangxi University(Natural Science), 2006(Suppl 1):168-172. (in Chinese)
- [18] 李莉娟,孙凤久,楼丹花,等.纳米氧化铝的晶型及粒度对其红外光谱的影响[J].功能材料,2007,33(3):479-484.
LI Lijuan, SUN Fengjiu, LOU Danhua, et al. The effects of lattice types and crystallite sizes of nanoalumina on infrared spectra [J]. Journal of Functional Materials, 2007, 33(3):479-484. (in Chinese)
- [19] 张长栓,赵峰,张继军,等.纳米尺寸氧化铝的红外光谱研究[J].化学学报,1999,57(3):275-280.
ZHANG Changshuan, ZHAO Feng, ZHANG Jijun, et al. Infrared spectroscopic studies of alumina on a nanometer scale[J]. Acta Chimica Sinica, 1999, 57(3):275-280. (in Chinese)
- [20] NIED D, ENEMARK-RASMUSSEN K, L'HOPITAL E, et al. Properties of magnesium silicate hydrates (M-S-H) [J]. Cement and Concrete Research, 2016, 79:323-332.
- [21] QIN Z H, MA C, ZHENG Z Q, et al. Effects of metakaolin on properties and microstructure of magnesium phosphate cement[J]. Construction and Building Materials, 2020, 234:117353.
- [22] TONELLI M, MARTINI F, CALUCCI L, et al. Structural characterization of magnesium silicate hydrate: Towards the design of eco-sustainable cements[J]. Dalton Transactions, 2016, 45(8):3294-3304.
- [23] 王亚男,陈树江,张峻巍.材料科学基础教程[M].北京:冶金工业出版社,2014:47-52.
WANG Yanan, CHEN Shujiang, ZHANG Junwei. Fundamentals of materials science course[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2014:47-52. (in Chinese)
- [24] CARROLL S, MCNAB W, TORRES S, et al. Wellbore integrity in carbon sequestration environments: 1. Experimental study of cement-sandstone/shale-brine- CO_2 [J]. Energy Procedia, 2011, 4:5186-5194.
- [25] SARKAR R, DAS S K, BANERJEE G. Effect of additives on the densification of reaction sintered and presynthesised spinels [J]. Ceramics International, 2003, 29(1):55-59.
- [26] FRUHWIRTH O, HERZOG G W, HOLLERER I, et al. Dissolution and hydration kinetics of MgO [J]. Surface Technology, 1985, 24:301-317.