

文章编号:1007-9629(2023)06-0579-08

活性 MgO 对碱-矿渣-偏高岭土基地聚物 干缩特性的影响

崔 潮¹, 孙小惠¹, 王 岚¹, 彭 晖^{2,*}

(1. 内蒙古工业大学 内蒙古自治区土木工程结构与力学重点实验室, 内蒙古 呼和浩特 010051;
2. 长沙理工大学 南方地区桥梁长期性能提升技术国家地方联合工程实验室, 湖南 长沙 410114)

摘要:通过添加不同活性 MgO, 研究了其对碱-矿渣-偏高岭土基地聚物(ASM 地聚物)干缩性能的影响, 并利用 X 射线衍射仪(XRD)、扫描电镜(SEM)和压汞仪(MIP)等微观测试手段揭示了其内在影响机制。结果表明:随着 MgO 活性的增加, ASM 地聚物的干缩率先减小后增大, 当 MgO 活性适中时, ASM 地聚物干缩率降低约 15.0%; 所生成的镁铝水滑石及水化硅酸镁(M-S-H)凝胶能够有效填充 ASM 地聚物孔隙, 减小干燥收缩, 增加结构致密程度。

关键词:碱-矿渣-偏高岭土基地聚物; 活性 MgO; 干燥收缩; 孔结构

中图分类号: TU391

文献标志码: A

doi: 10.3969/j.issn.1007-9629.2023.06.002

Influence of Activated MgO on Drying Shrinkage of Alkali-Slag-Metakaolin Based Geopolymer

CUI Chao¹, SUN Xiaohui¹, WANG Lan¹, PENG Hui^{2,*}

(1. Key Laboratory of Civil Engineering Structure and Mechanics, Inner Mongolia University of Technology, Hohhot 010051, China; 2. National-Local Joint Engineering Laboratory of Technology for Long-Term Performance Enhancement of Bridges in Southern District, Changsha University of Science & Technology, Changsha 410114, China)

Abstract: The effect of different activated MgO on the drying shrinkage performance of alkali-slag-metakaolin based geopolymer(ASM geopolymer) was investigated. The internal mechanism of influence was revealed by X-ray diffractometer(XRD), scanning electron microscope(SEM), mercury porosimetry(MIP) and other microscopic test methods. The results show that with the increase of MgO activity, the drying shrinkage of ASM geopolymer decreases at first and then increases, and MgO with moderate activity can reduce the drying shrinkage of ASM geopolymer by about 15.0%. The generated Mg-Al hydrotalcite and magnesium silicate hydrate(M-S-H) gel effectively fill the pores, result in reducing drying shrinkage and increasing structural compactness.

Key words: alkali-slag-metakaolin based geopolymer; activated MgO; drying shrinkage; pore microstructure

与普通硅酸盐水泥(OPC)相比,碱-矿渣-偏高岭土基地聚物(ASM 地聚物)具有更低的 CO₂ 排放量,且力学性能和耐久性能更佳^[1-4],但其收缩过大,从而成为 ASM 地聚物应用和发展的最大阻碍^[5-8]。

由于 ASM 地聚物中没有 OPC 中常用的如钙矾石类膨胀剂生长所需的 Ca(OH)₂ 环境,因此适用于 OPC 的膨胀剂对 ASM 地聚物的干缩性能没有明显抑制作用^[9-10]。MgO 膨胀剂是 OPC 中最常用的膨胀剂之

收稿日期:2022-06-14; 修订日期:2022-10-19

基金项目:内蒙古自治区自然科学基金资助项目(2020BS05013);内蒙古工业大学科学研究项目(ZY201917);桥梁工程安全控制教育部重点实验室项目(19KB05)

第一作者:崔 潮(1987—),男,内蒙古呼和浩特人,内蒙古工业大学讲师,硕士生导师,博士。E-mail: cui6201798@163.com

通讯作者:彭 晖(1976—),男,湖南长沙人,长沙理工大学教授,博士生导师,博士。E-mail: hui peng@csust.edu.cn

一,诸多学者在大体积OPC混凝土中用其补偿温度所导致的体积收缩,且取得理想效果^[11-12].ASM地聚物体系较OPC体系有着更强的碱性,邓敏等^[13]认为,碱度较高的环境有利于Mg(OH)₂的富集发展.由此看来,将MgO加入ASM地聚物中来抑制地聚物收缩性能显得十分可行;然而MgO膨胀剂的膨胀理论体系在ASM地聚物体系中是否适用的研究并不广泛.

鉴于此,本文以菱镁矿为原料,将其高温煅烧得到不同活性MgO,并掺入ASM地聚物体系中,以研究活性MgO对ASM地聚物干燥收缩的作用机制;同时利用X射线衍射仪(XRD)、扫描电镜(SEM)和压汞仪(MIP)等微观测试手段,揭示MgO膨胀剂对ASM地聚物干缩特性的作用机制,以期ASM地聚物在土木工程领域的应用提供理论依据.

表1 MK和GGBFS的化学组成及特性

Table 1 Chemical compositions and properties of MK and GGBFS

Raw material	Chemical composition (by mass)/%					Diameter/ μm	Specific surface area/($\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$)
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	Na ₂ O	MgO		
MK	50.07	48.23	0.24	0.06	0.22	<50	14
GGBFS	35.00	15.38	38.19	0.34	7.06	<10	15

1.2 ASM地聚物制备方法

为得到不同模数(M_a)的碱激发剂,先通过式(1)计算每克水玻璃溶液中需加入的NaOH质量(m, g);再加入适量去离子水,调节溶质质量分数至60%,冷却到室温后即制备得到试验用碱激发剂.将质量分数为3%的不同活性MgO与MK、GGBFS混合均匀,得到混合物料;接着将碱激发剂与上述混合物料以液固比0.40进行混合,倒入水泥砂浆搅拌机中,先低速搅拌2 min,再快速搅拌3 min,即制备得到ASM地聚物浆体.

$$m = [(M - M_a) / M_a] \times M \times 0.08 \quad (1)$$

式中: M 为水玻璃溶液的出厂模数,本文取为2.8.

1.3 MgO活性测定方法

首先采用差示扫描同步热分析仪(DSC-TG)明确菱镁矿的合理煅烧温度范围;然后在此范围内制备不同活性MgO粉末;最后进行MgO活性分析,并利用XRD表征.目前,测定MgO活性的主要方法有物相分析法、比表面积法和柠檬酸法等.本文按照YB/T 4019—2020《轻烧氧化镁化学活性测定方法》,采用柠檬酸法测定MgO的活性:先称取(2.00±0.05) g MgO粉末,放入200 mL浓度为0.07 mol/L的柠檬酸溶液中;再滴入2滴酚酞指示剂;接着将盛有溶液的烧杯放在磁力搅拌器上,用秒表计时;当溶液呈红色时,即停止计时,采用该时间来表征MgO的活性.

1 试验

1.1 原材料

偏高岭土(MK)产自山西大同,由煤系高岭土在600~700 °C条件下煅烧24 h后得到,采用滴定络合法并依据文献[14]确定其活性系数为87.62%;矿渣(GGBFS)产自华新湘钢水泥有限公司,活性系数为83.07%;碱激发剂由片状NaOH、水玻璃溶液及去离子水组成,其中水玻璃溶液为市售工业产品,模数为2.8~3.0,密度为1.37 g/mL,NaOH纯度(质量分数,文中涉及的纯度、液固比等除特别说明外均为质量分数或质量比)为99.9%;水泥采用唐山冀东水泥股份有限公司产P·O 42.5普通硅酸盐水泥.

MK和GGBFS的化学组成及特性见表1.

1.4 ASM地聚物收缩率测试及分析方法

1.4.1 干缩试验

依照JC/T 313—2009《膨胀水泥膨胀率试验方法》,使用比长仪测量ASM地聚物的干燥收缩率.首先将不同活性MgO、MK、GGBFS和碱激发剂混合并搅拌3 min,注入尺寸为40 mm×40 mm×160 mm的标准三联试模中;然后置于标准养护箱((20±2) °C、相对湿度95%)中养护30 min;最后测量试件在不同养护龄期(n)时的长度(L_n, mm).每次试验分为3组,取其平均值作为ASM地聚物的干燥收缩率($L, \%$),其计算表达式为:

$$L = \frac{L_n - L_0}{L_0} \times 100\% \quad (2)$$

式中: L_0 为ASM地聚物试件的初始长度,本文取为160 mm.

1.4.2 微观分析

干缩试件破碎后,采用行星式研磨机进行研磨,取其合适碎片进行SEM微观试验,同时将粉末用于XRD和MIP分析.

2 结果与讨论

2.1 不同煅烧条件对MgO活性的影响

菱镁矿的热分析曲线见图1.由图1可见:在加热过程中,菱镁矿的第1个放热峰出现在280 °C左右,

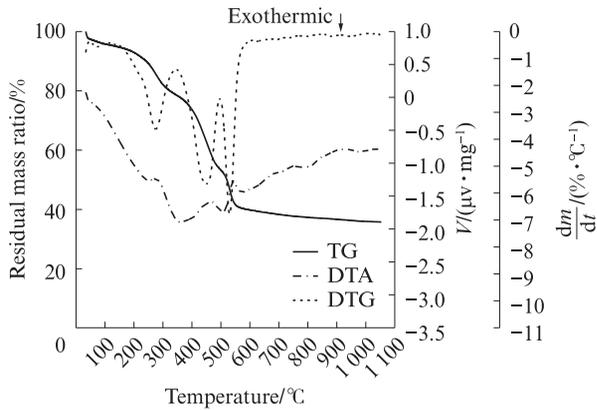


图1 菱镁矿的热分析曲线
Fig. 1 Thermal analysis curves of magnesite

质量开始下降,是由于菱镁矿中包含少量 $Mg(OH)_2$,其在 $280\text{ }^\circ\text{C}$ 下脱水形成 MgO ;在 $520\text{ }^\circ\text{C}$ 附近出现第1个明显的吸热峰,并伴有明显的质量损失.DTA曲线与TG曲线的交点表明,菱镁矿在 $520\text{ }^\circ\text{C}$ 左右可完全分解为活性 MgO ,由此可以看出菱镁矿的煅烧温度

不应低于 $520\text{ }^\circ\text{C}$,因此本试验采用 $600\sim 900\text{ }^\circ\text{C}$ 作为菱镁矿的煅烧温度.

图2为不同煅烧条件下 MgO 的活性.由图2可见:当煅烧温度为 $600\text{ }^\circ\text{C}$ 、煅烧时间为4h时,酚酞指示剂变色时间最少,此时 MgO 活性最高;升高煅烧温度或缩短煅烧时间, MgO 活性均持续下降.这是因为 MgO 的活性,即其参与酸碱化学反应的水平,是由 MgO 晶格的变异程度所决定的.钱海燕等^[15]认为,当煅烧温度较低时,由 $MgCO_3$ 转化而成的 MgO 结构较松散,为非晶态,晶格畸变程度较大,使得其与碱溶液发生反应的能力较强,活性较高;但煅烧温度过高将导致 MgO 产生烧结死区,晶粒快速变大,活性又会有所下降.与此同时,若煅烧时间过短,热量则无法到达 $MgCO_3$ 结构当中,从而导致其分解.转化为 MgO 不完全,所生成的 MgO 活性较低;随着煅烧时间的延长, $MgCO_3$ 进一步分解, MgO 含量增加且活性升高.

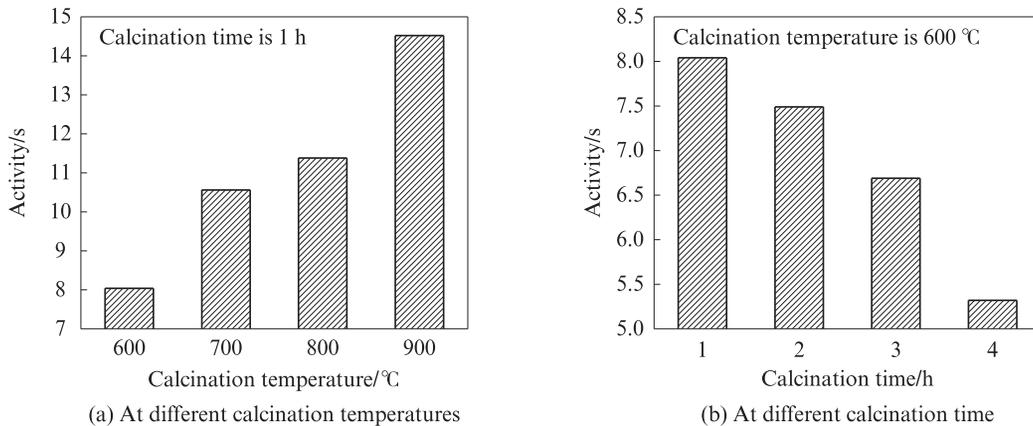


图2 不同煅烧条件下 MgO 的活性
Fig. 2 Activity of MgO under different calcination conditions

图3显示了不同煅烧条件下菱镁矿及活性 MgO 的XRD图谱.由图3(a)可见:菱镁矿中含有 $MgCO_3$ 及少量 $Mg(OH)_2$;在同一煅烧时间下,煅烧温度越高,活性 MgO 衍射半宽越窄,衍射峰越高,这说明煅烧温度越高,菱镁矿转化生成的活性 MgO 越多.由图3(b)可见:在同一煅烧温度($600\text{ }^\circ\text{C}$)条件下,随着煅烧时间的延长,菱镁矿转化生成的活性 MgO 含量也有所增加.结合图2、3可知:(1)煅烧温度较低时,活性 MgO 转化量较少,但活性较高;当煅烧温度升高时,活性 MgO 的转化量虽然有所增加,但活性降低.(2)煅烧时间越长,活性 MgO 含量和活性越高;煅烧时间越短, MgO 含量和活性越低.

2.2 碱激发剂模数对ASM地聚物干缩率的影响

不同碱激发剂模数条件下ASM地聚物与OPC

的干缩率随养护龄期的变化如图4所示.由图4可见:(1)在5d养护龄期内,ASM地聚物的干缩率迅速增加,当养护龄期达到7d时其收缩率增速逐渐稳定;OPC的干缩率在5d养护龄期内增加缓慢,且干缩率较小,但后期干缩率持续增长,直至10d养护龄期左右才趋于稳定,最终收缩率大于碱激发剂模数为1.8和2.0的ASM地聚物.(2)不同碱激发剂模数条件下,ASM地聚物的干缩率增长趋势基本一致,且当碱激发剂模数降低时,ASM地聚物的干缩率随之增大.

Collins等^[16]提出结构中的孔可分为微孔(孔径 $d < 1.25\text{ }\mu\text{m}$)、中孔($d = 1.25\sim 25.00\text{ }\mu\text{m}$)及大孔($d > 25.00\text{ }\mu\text{m}$),其中微孔及中孔一并称为介孔.介孔是引起收缩的根本原因,且孔径越小,所引起的半月板

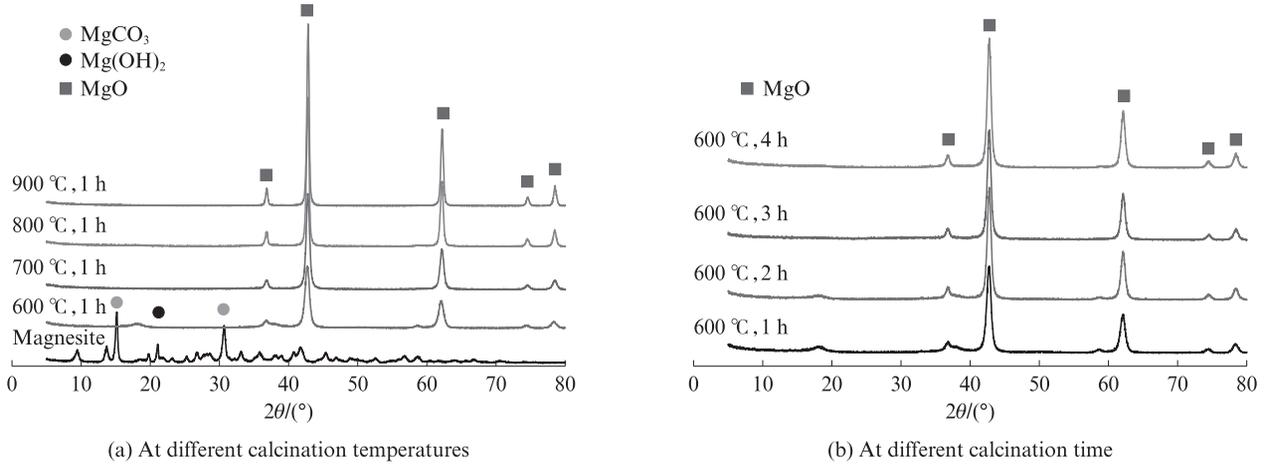


图3 不同煅烧条件下菱镁矿及活性MgO的XRD图谱

Fig. 3 XRD patterns of magnesite and activated MgO under different calcination conditions

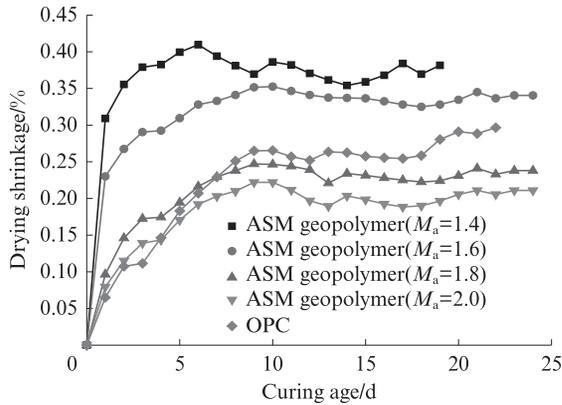


图4 不同碱激发剂模数条件下ASM地聚物和OPC的干缩率随养护龄期的变化

Fig. 4 Drying shrinkage change of ASM geopolymers and OPC with curing age under different moduli of alkali activators

拉应力越大,结构收缩越大.为进一步探索ASM地聚物的干缩机制,本试验研究了ASM地聚物和OPC的孔径分布情况,结果见图5.由图5可见:(1)随着碱激发剂模数的降低,ASM地聚物的孔径逐渐减小.(2)OPC中的孔大多为孔径大于100.00 μm的大孔,OPC在短龄期内的收缩率较低,但其干缩持续时间较长.这是因为随着养护龄期的延长,大孔里的水分最先流失,此时所产生的拉应力对其干缩影响较小;但OPC中仍存在少数介孔和孔径小于0.01 μm的微孔,这些孔对OPC的干燥收缩有很大影响,该部分孔内的水分散失较慢,从而使得其干缩率甚至比碱激发剂模数为1.8和2.0的ASM地聚物的还要大.ASM地聚物的孔隙均分布于介孔中,随着碱激发剂模数的减小,地质聚合反应及矿渣的水化反应水平提高,形成更多的水化硅酸钙(C-S-H)凝胶.蒲心诚^[17]和徐彬等^[18]认为,这类C-S-H凝胶的钙硅比($n(\text{Ca})/n(\text{Si})$)较OPC中的更低,粒径更小,使得干

燥后所形成的孔径也就越小.因此,随着碱激发剂模数的降低,ASM地聚物的干缩率增大.

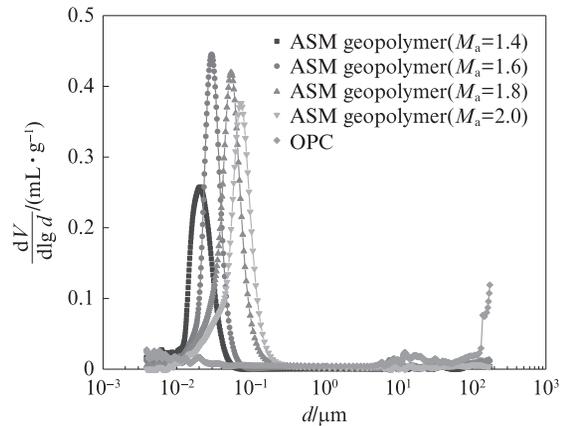


图5 ASM地聚物和OPC的孔径分布曲线

Fig. 5 Pore size distribution curves of ASM geopolymers and OPC

当碱激发剂模数为1.4时,ASM地聚物的干缩率最大,可达0.4%(见图4).如此大的收缩势必对其推广应用产生影响,因此本试验在碱激发剂模数为1.4的ASM地聚物中掺入不同活性MgO,以探究活性MgO对ASM地聚物的干缩抑制作用及作用机制.

2.3 活性MgO对ASM地聚物干缩率的影响

将不同活性MgO以相同比例掺入ASM地聚物中,测定其干缩率,结果见图6.由图6可见:(1)掺加活性MgO后,ASM地聚物的干缩率持续增长时间较长,直至15 d左右才趋于平稳.根据孔结构理论可知,这是由于掺入活性MgO后,ASM地聚物中的微孔数量增多所致.(2)在同一煅烧时间(1 h)条件下,煅烧温度越低,活性MgO对ASM地聚物的收缩抑制效果就越好.当煅烧温度为600 °C时,活性MgO的收缩抑制效果最佳,ASM地聚物的干缩率较空白试

件降低了10.0%;当煅烧温度为700℃时,ASM地聚物的干缩率仅下降5.0%;继续升高煅烧温度,ASM地聚物的干缩率持续增大。(3)在同一煅烧温度(600℃)条件下,当煅烧时间少于3h时,随着煅烧时间的延长,活性MgO对ASM地聚物干燥收缩性能的抑制效果愈加明显;当煅烧时间为2h时,活性

MgO对地聚物干燥收缩的抑制效果最佳,可使ASM地聚物干缩率减小约15.0%;当煅烧时间延长至4h时,在7d龄期内,活性MgO对ASM地聚物干缩率的抑制效果较好,但随着养护龄期的延长,其抑制效果开始下降,最终ASM地聚物的干缩率较空白试件仅降低7.5%。

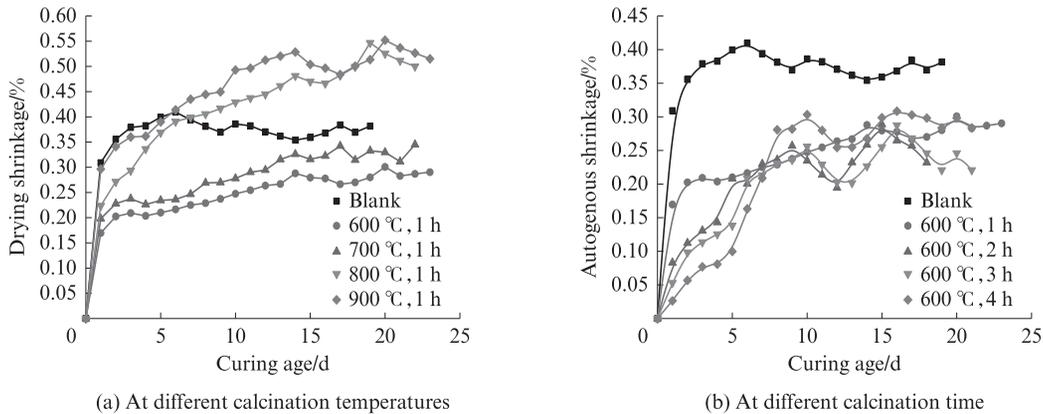


图6 不同活性MgO对ASM地聚物干缩率的影响

Fig. 6 Effect of different activated MgOs on drying shrinkage of ASM geopolymers

综上所述,活性MgO对ASM地聚物干燥收缩性能的抑制效果如下:当养护龄期小于7d时,MgO活性越高,ASM地聚物干缩率越小;当养护龄期大于7d时,MgO活性越高,ASM地聚物干缩率先减小后增大。

2.4 活性MgO对ASM地聚物干缩率的影响机制

图7为掺入不同活性MgO的ASM地聚物的XRD图谱.由图7可见:ASM地聚物的反应产物主要由非晶体和少许晶体构成——25.0°~30.0°处的宽结晶峰代表未反应的偏高岭土;42.9°和62.5°处的结

晶峰代表未参加反应的MgO;11.7°、22.5°和36.2°处的结晶峰代表镁铝水滑石;ASM地聚物结构体系中并不存在OPC中产生膨胀作用的Mg(OH)₂结构.Jin等^[19]和Haha等^[20]认为,在ASM地聚物体系中,碱激发作用能够溶解活性偏高岭土中的Si—O—Si和Al—O—Si键,但如果体系中存在活性MgO,则活性MgO表面会水解,并与溶解的Si—O和Al—O结构发生反应,形成含有Si、Mg和—OH的水化硅酸镁(M-S-H)(很难通过XRD检测出来)结构,以及包含Al、Mg和CO₃²⁻的镁铝水滑石结构.由于MgO分解后会快速

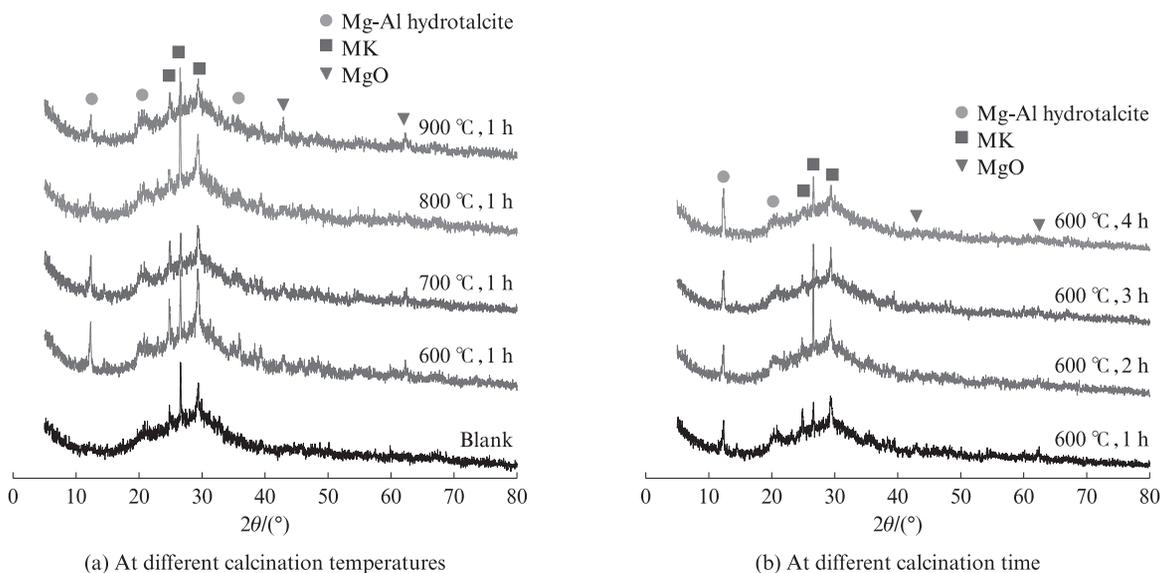


图7 掺入不同活性MgO的ASM地聚物的XRD图谱

Fig. 7 XRD patterns of ASM geopolymers with different activated MgOs

形成M-S-H和镁铝水滑石,因此在ASM地聚物体系中产生膨胀作用的是镁铝水滑石而非 $Mg(OH)_2$ 晶体.由图7还可见,随着煅烧温度的降低及煅烧时间的延长, MgO 活性逐渐提高,ASM地聚物结构中残留的 MgO 逐渐减少,对结构产生膨胀作用的镁铝水滑石含量有所增加.

图8为掺入不同活性 MgO 的ASM地聚物的孔径分布曲线,其累积孔隙率列于表2.由图8(a)、(b)可见:当煅烧温度较高时, MgO 活性较低,在ASM地聚物体系中生成的镁铝水滑石较少,导致介孔填充量较少,ASM地聚物的干缩率较大;随着煅烧温度的降低, MgO 活性提高,ASM地聚物中的介孔被逐渐填

充,其干缩率降低.由图8(c)、(d)可见:随着煅烧时间的延长,ASM地聚物中原有的介孔结构已被完全填充;当煅烧时间从2 h延长至3 h后,介孔占比变化不大,大孔占比有所增加;当煅烧时间为4 h时,ASM地聚物中出现大量微孔和大孔.这是由于当 MgO 活性过高时,所生成的镁铝水滑石含量较大,其固化后留下的微孔增加了介孔的孔隙率,从而也增大了ASM地聚物的干缩率.因此,掺入活性过高的 MgO 反而会使ASM地聚物的干缩率增大.此外, MgO 活性的增加也使ASM地聚物大孔孔隙率增大,这可能是形成了大量的M-S-H凝胶结构所致.需要说明的是,由于M-S-H难以测试出来,还需要进一步进行分析.

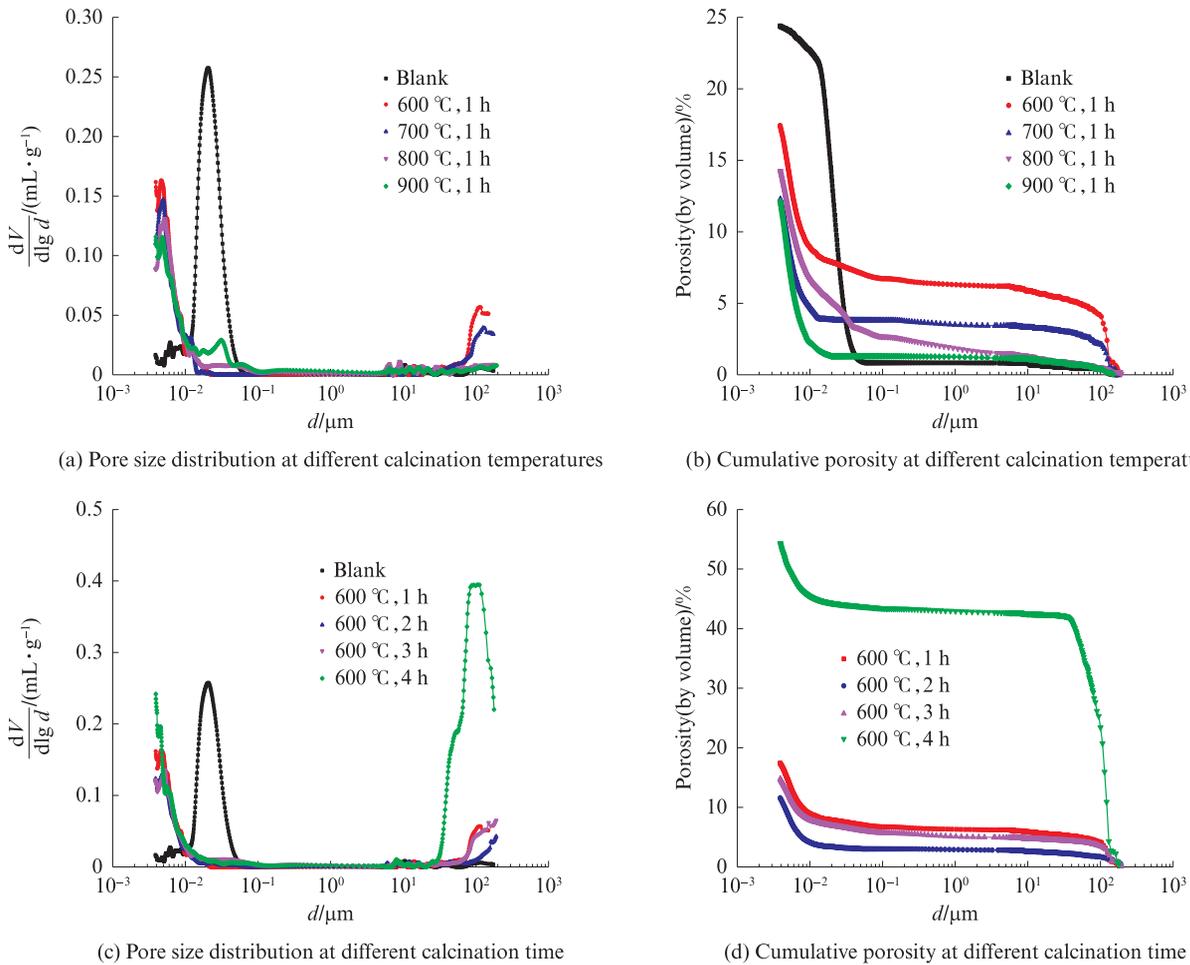


图8 掺入不同活性 MgO 的ASM地聚物的孔径分布和累积孔隙率

Fig. 8 Pore size distribution and cumulative porosity of ASM geopolymer added activated MgO s

由表2可知,当煅烧温度降低时,ASM地聚物中的介孔累积孔隙率降低,大孔累积孔隙率增加.但图8(a)显示,掺入活性 MgO 的ASM地聚物的孔径大部分小于 $0.01 \mu m$.另外,结合2.3的分析——掺入活性 MgO 的ASM地聚物中不含 $Mg(OH)_2$ 晶体,但会形成较多镁铝水滑石及M-S-H凝胶结构.由此可以推测,活性 MgO 所生成的镁铝水滑石及M-S-H凝胶

填充了ASM地聚物中的介孔,并使其孔径朝微孔方向移动.

图9为掺入不同活性 MgO 的ASM地聚物的SEM照片.图中测量点的原子百分比见表3.由图9可见:不含活性 MgO 的空白试件由地质聚合反应生成的水化硅铝酸钠(N-A-S-H)凝胶和矿渣水化反应生成的C-S-H凝胶(测点A)组成,并且含有一些未

表2 掺入不同活性MgO的ASM地聚物的累积孔隙率
Table 2 Cumulative porosity of ASM geopolymer added different activated MgOs

Type of pore	d/ μm	Cumulative porosity(by volume)/%							
		Blank	600 $^{\circ}\text{C}$, 1 h	700 $^{\circ}\text{C}$, 1 h	800 $^{\circ}\text{C}$, 1 h	900 $^{\circ}\text{C}$, 1 h	600 $^{\circ}\text{C}$, 2 h	600 $^{\circ}\text{C}$, 3 h	600 $^{\circ}\text{C}$, 4 h
Mesopore	<1.25	2.5	1.2	1.2	2.2	1.8	1.1	1.1	1.2
	1.25-25.00	27.1	20.6	22.3	26.0	29.5	19.3	19.4	24.1
Macropore	>25.00	70.4	78.2	76.5	71.8	68.7	79.6	79.5	74.6

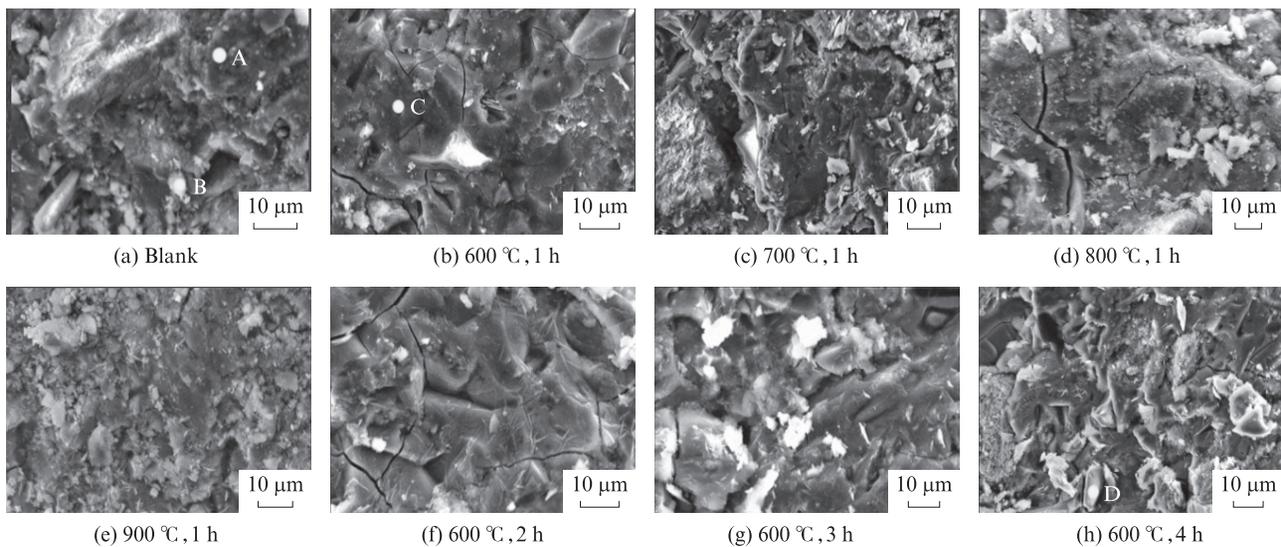


图9 掺入不同活性MgO的ASM地聚物的SEM照片

Fig. 9 SEM images of ASM geopolymers added different activated MgOs

表3 图9中各测点处的原子百分比
Table 3 Atomic percentage rate of measuring points as showed in Fig.9

Element	Point A	Point B	Point C	Point D
O	49.15	44.83	46.06	49.36
Na	3.83		3.36	6.69
Al	16.39	25.73	18.43	12.68
Si	24.30	29.44	27.26	22.77
Ca	6.33		3.26	4.69
Mg			1.63	3.81

反应的偏高岭土原料(测点B),其结构相对致密,但存在微小孔隙;当煅烧温度为600 $^{\circ}\text{C}$ 且煅烧时间为1 h时,含活性MgO的ASM地聚物结构中生成M-S-H凝胶和镁铝水滑石(测点C),原有微孔孔隙被填充,结构更加致密;随着煅烧温度的升高,MgO活性降低,ASM地聚物中未反应的偏高岭土含量逐渐增加,地聚物基体结构变得松散多孔.由此表明,MgO活性越低,其与偏高岭土原料反应生成的起膨胀作用的M-S-H凝胶及水滑石的能力越弱,对ASM地聚物结构微孔的填充效果越差.由图9还可见:随着煅烧时间的延长,ASM地聚物结构变得更加致密;然而当煅烧时间为4 h时,ASM地聚物由更多的镁铝

水滑石和M-S-H凝胶组成(测点D),其结构由圆柱形棒状凝胶连接,结构中含有许多微孔,反而导致ASM地聚物的干燥收缩有所增大.

3 结论

(1)在有效煅烧温度范围内,菱镁矿的煅烧温度越低、煅烧时间越长,所获得的MgO活性越高.

(2)当MgO活性过低时,在碱-矿渣-偏高岭土地聚物(ASM地聚物)中生成的镁铝水滑石和水化硅酸镁(M-S-H)凝胶较少,以至于无法填充原有孔隙结构,从而导致ASM地聚物的干缩率较大;当MgO活性过高时,所生成的镁铝水滑石和M-S-H凝胶较多,M-S-H凝胶能够形成大量微孔结构,ASM地聚物的干缩率亦会增大.

(3)当菱镁矿的煅烧温度为600 $^{\circ}\text{C}$ 且煅烧时间为2 h时,MgO活性适中,所生成的镁铝水滑石和M-S-H凝胶能够有效填充原始微孔,从而使得ASM地聚物结构更加致密,其干缩率较不含活性MgO的空白试件降低约15.0%.

参考文献:

[1] PACHECO-TORGAL F, CASTRO-GOMES J, JALALI S.

- Alkali-activated binders: A review: Part 1. Historical background, terminology, reaction mechanisms and hydration products[J]. *Construction and Building Materials*, 2008, 22(7): 1305-1314.
- [2] AYDIN S, BARADAN B. Mechanical and microstructural properties of heat cured alkali-activated slag mortars[J]. *Materials & Design*, 2012, 35:374-383.
- [3] 郑毅, 王爱国, 刘开伟, 等. 不同地聚物砂浆抗硫酸盐侵蚀性能及其机理分析[J]. *建筑材料学报*, 2021, 24(6):1224-1233. ZHENG Yi, WANG Aiguo, LIU Kaiwei, et al. Sulfate resistance and mechanism analysis of different geopolymer mortars [J]. *Journal of Building Materials*, 2021, 24(6):1224-1233. (in Chinese)
- [4] 万小梅, 韩笑, 于琦, 等. 碱激发矿渣净浆对氯离子的固化作用[J]. *建筑材料学报*, 2021, 24(5):952-960. WAN Xiaomei, HAN Xiao, YU Qi, et al. Solidification of chloride ions in alkali-activated slag paste[J]. *Journal of Building Materials*, 2021, 24(5):952-960 (in Chinese).
- [5] VAN DEVENTER J S J, SAN NICOLAS R, ISMAIL I, et al. Microstructure and durability of alkali-activated materials as key parameters for standardization [J]. *Journal of Sustainable Cement-Based Materials*, 2015, 4(2):116-128.
- [6] GAGNE R, AOUAD I, SHEN J, et al. Development of a new experimental technique for the study of the autogenous shrinkage of cement paste[J]. *Materials and Structures*, 1999, 32:635-642.
- [7] BARCELO L, MORANVILLE M, CLAVAUD B. Autogenous shrinkage of concrete: A balance between autogenous swelling and self-desiccation[J]. *Cement and Concrete Research*, 2005, 35(1): 177-183.
- [8] 李爽, 刘和鑫, 杨永, 等. 碱激发矿渣/偏高岭土复合胶凝材料干燥收缩机理研究[J]. *材料导报*, 2021, 35(4):4088-4091. LI Shuang, LIU Hexin, YANG Yong, et al. Study on drying shrinkage mechanism of alkali-activated slag/metakaolin composite cementitious materials[J]. *Materials Reports*, 2021, 35(4):4088-4091. (in Chinese)
- [9] 梅琳. 碱矿渣混凝土干缩性能及改善措施研究[D]. 重庆:重庆大学, 2010. MEI Lin. Research on the drying performance and improving measures of alkali-activated slag concrete [D]. Chongqing: Chongqing University, 2010. (in Chinese)
- [10] 贾丽丽, 方永浩, 陈逸群. 碱磷渣胶凝材料的减缩防裂研究[J]. *材料导报*, 2008, 22(11):153-156. JIA Lili, FANG Yonghao, CHEN Yiqun. Study on shrinkage-reduction and cracking-resistance of alkali-activated phosphor slag cement[J]. *Materials Review*, 2008, 22(11): 153-156. (in Chinese)
- [11] METHA P, PIRTZ D, KOMANDANT G. Magnesium oxide additive for producing self stress in mass concrete [C]//7th International Congress on the Chemistry of Cement. Paris:[s.n.], 1980, 3:6-9.
- [12] MO L, LIU M, AL-TABBAA A, et al. Deformation and mechanical properties of the expansive cements produced by inter-grinding cement clinker and MgOs with various reactivities [J]. *Construction and Building Materials*, 2015, 80:1-8.
- [13] 邓敏, 崔雪花, 刘元湛, 等. 水泥中氧化镁的膨胀机理[J]. *南京化工学院学报*, 1990, 12(4):1-11. DENG Min, CUI Xuehua, LIU Yuanzhan. Expansion mechanism of magnesium oxide in cement[J]. *Journal of Nanjing Institute of Chemical Technology*, 1990, 12(4): 1-11. (in Chinese)
- [14] 彭晖, 崔潮, 蔡春声. 偏高岭土活性的煅烧温度影响及测定方法研究[J]. *硅酸盐通报*, 2014, 33(8):2078-2094. PENG Hui, CUI Chao, CAI Chunsheng. Research on influence of calcination temperature on metakaolin reactivity and its determination[J]. *Bulletin of the Chinese Ceramic Society*, 2014, 33(8):2078-2094. (in Chinese)
- [15] 钱海燕, 邓敏, 徐玲玲, 等. 轻烧MgO活性测定方法的研究[J]. *化工矿物与加工*, 2005, 34(1):22-24. QIAN Haiyan, DENG Min, XU Lingling, et al. Study on the method of determining activity of light-burned magnesia [J]. *Industrial Minerals & Processing*, 2005, 34(1): 22-24 (in Chinese).
- [16] COLLINS F, SANJAYAN J G. Effect of pore size distribution on drying shrinking of alkali-activated slag concrete[J]. *Cement and Concrete Research*, 2000, 30(9):1401-1406.
- [17] 蒲心诚. 高强混凝土与高强碱矿渣混凝土[J]. *混凝土*, 1994(3): 9-18. PU Xincheng. High strength concrete and high strength alkali slag concrete[J]. *Concrete*, 1994(3):9-18. (in Chinese)
- [18] 徐彬, 蒲心诚. 固态碱组分矿渣水泥水化过程研究[J]. *混凝土与水泥制品*, 1998(3):3-7. XU Bin, PU Xincheng. Hydration process of solid alkali component slag cement [J]. *Concrete and Cement Products*, 1998(3): 3-7. (in Chinese)
- [19] JIN F, GU K, AL-TABBAA A. Strength and drying shrinkage of reactive MgO modified alkali-activated slag paste [J]. *Construction and Building Materials*, 2014, 51:395-404.
- [20] HAHN M B, LOTHENBACH B, LE SAOUT G L, et al. Influence of slag chemistry on the hydration of alkali-activated blast-furnace slag—Part I: Effect of MgO [J]. *Cement and Concrete Research*, 2011, 41(9):955-963.