

三水碳酸镁焙烧法制备纳米多孔中空棒状氧化镁研究

关蕊¹, 王余莲¹, 宛天成¹, 张一帆¹, 李纪勋¹, 邓凤¹, 于雨¹, 李克卿¹, 苏峻樟¹, 孙浩然¹, 韩会丽¹,
袁志刚¹, 苏德生^{2,3}, 赵连祥⁴

1. 沈阳理工大学材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110159;
2. 辽宁省超高功率石墨电极材料专业技术创新中心, 辽宁 丹东 118100;
3. 辽宁丹炭科技集团有限公司, 辽宁 丹东 118100;
4. 陆军装备部驻沈阳地区军代局驻沈阳地区第二军代室, 辽宁 沈阳 110004

中图分类号: TQ132.2; O782 文献标识码: A 文章编号: 1001-0076(2023)03-0145-07
DOI: 10.13779/j.cnki.issn1001-0076.2023.03.017

摘要 以 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 为原料、 $(NH_4)_2CO_3$ 为沉淀剂, 采用液相沉淀法制备前驱体 $MgCO_3 \cdot 3H_2O$, 并焙烧前驱体制备获得具有纤维结构的氧化镁。主要探讨沉淀剂浓度、反应温度、焙烧温度和焙烧时间对产物的平均粒径和物相组成的影响, 并探究其形成机理。结果表明: 沉淀剂浓度为 1.5 mol/L、反应温度 40 °C、焙烧温度 600 °C、焙烧时间 120 min 时, 可获得纳米中空棒状氧化镁, 其表面由片状物相互连接形成多孔结构, 前驱体三水碳酸镁在高温焙烧过程中起到模板作用。

关键词 三水碳酸镁; 氧化镁; 中空棒状; 焙烧; 模板

引言

氧化镁(MgO)又称苦土, NaCl晶型, 面心立方点阵^[1]; 常温下为白色粉末, 熔点和沸点分别是 2 800 °C 和 3 800 °C, 难溶于水^[2], 是典型的碱性氧化物, 当其暴露于空气中, 容易吸收水分和二氧化碳而生成碱式碳酸镁^[3-4], 因此常被用作 CO₂ 的吸附剂。由于 MgO 化学性质稳定, 不易出现结构转变, 且易通过酸洗去除, 因此常被用于制备碳材料的模板剂。由于 MgO 晶体键-键之间结合力很强, 各原子间电荷作用下其整体的电荷分布也呈现对称性, 其表面催化活性位点数量多, 催化效率较高, 因此常用作各类化学反应的催化剂。另外, 通过控制纳米 MgO 尺寸和形貌, 能够提升其抗菌能力, 使其在抗菌领域发挥更优异的作用。

目前, 纳米氧化镁常见的制备方法有模板法、直接煅烧法、溶胶-凝胶法、水热法、沉淀法和声化学法等。Nunrung^[5] 以 $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ 作为镁源、 $H_2C_2O_4$ 作为沉淀剂, 制备 $Mg(OH)_2$ 并通过焙烧得到 MgO。张开胜等^[6] 以 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 和 $NaCO_3$ 为实验原料, 通过调控 $NaSiO_2$ 加入量, 制得棒状 MgO。Brewer 等^[7] 借助

Si_3N_4 材料作为衬底, 通过离子束辅助沉积的手段完成纳米 MgO 薄膜的制备。马立安等^[8] 在 N_2 和 O_2 气氛中以 900 °C 高温条件通过热蒸发镁粉制得直径为 10~50 nm 的纳米 MgO。

Ahmed^[9] 以 $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ 为镁源, 以六亚甲基四胺 (HMTA) 为沉淀剂, 在十六烷基三甲基溴化铵 (CTAB) 辅助下制备了多级花状 MgO。Ahmed 等^[10] 以 $MgSO_4$ 为镁源、 $NH_3 \cdot H_2O$ 为沉淀剂, 以乙二醇 (EG) 辅助法制备了多孔花状 MgO 微粒。Randiligama 等^[11] 以 $MgCl_2$ 为镁源、尿素为沉淀剂, 采用沉淀法合成了纳米球状和板状 MgO。

王宝和等^[12] 通过共混 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 与尿素采用均匀沉淀法制备 $Mg(OH)_2$, 并采用共沸蒸馏置换干燥法对其烘干, 制得颗粒尺寸为 16~30 nm 的 MgO。高绪亮^[13] 采用有机物前驱体法, 在草酸- $Mg(OH)_2$ 体系中制备 MgO, 以 PVA 作分散剂, 采用控制变量法, 制得最小粒径达 10 nm、粒径分布窄的 MgO 微粒。管洪波等^[14] 引入乙酸、草酸镁等原料, 采用低温固相法合成前驱体并通过焙烧获得超细 MgO。伊赞荃^[15] 用 $MgSO_4$ 和 NaOH 为原料, 先通过水热法得到前驱体碱式硫酸镁

收稿日期: 2023-06-07

基金项目: 国家自然科学基金项目(52374271); 沈阳市科技局项目(22-322-3-03); 辽宁省重点研发计划-应用基础研究项目(2022JH2/101300111); 沈阳市中青年科技创新人才支持计划(RC220104); 辽宁省教育厅面上项目(LJKMZ20220588); 辽宁省大学生创新创业训练项目(S202210144002)

作者简介: 关蕊(2000—), 女, 硕士研究生, 研究方向为非金属功能材料。E-mail: 2231243110@qq.com。

通信作者: 王余莲(1986—), 女, 教授, 博士, 硕士生导师, 研究方向为矿物材料制备及应用。E-mail: ylwang0908@163.com。

晶须,之后进一步调整焙烧温度等条件制得 MgO 晶须。薛冬峰等^[16]通过直接煅烧 MgCl₂ 制备 MgO 晶须,通过调控热分解条件控制其晶须形状,最终得到直径为 2~5 μm、长度达 6 μm 的 MgO 晶须。以菱镁矿等天然矿为原料^[17-18]制备 MgCO₃·3H₂O、碱式碳酸镁、无水碳酸镁等合成 MgO 的前驱体对于其规模化生产具有指导意义。

综上,目前 MgO 的制备流程仍存在复杂且不可控等问题。本文所用的方法为液相沉淀法和焙烧法,具有流程简单、条件易控制等优势。

中空 MgO 因其独特的空腔结构和大比表面积,活性位点和传输通道丰富,具有高度的可及性和利用率,在储能、吸附等领域应用前景广阔。纵观国内外研究成果,目前制备的 MgCO₃·3H₂O 和 MgO 多以实心棒状^[19]或球状^[20]为主,尚未有多孔中空棒状氧化镁。课题组^[21-22]前期以菱镁矿为原料,经水化、碳化、热解等过程合成多形貌 MgCO₃·3H₂O 晶体^[23-24]。本文在前期工作基础上,以 MgCl₂·6H₂O 为原料、(NH₄)₂CO₃ 作沉淀剂,采用液相沉淀法制备前驱体 MgCO₃·3H₂O,并通过焙烧法制备多孔中空棒状氧化镁,主要探究沉淀剂浓度、沉淀反应温度、焙烧温度、焙烧时间对产物平均粒径和物相组成的影响,并探究其形成机理。

1 实验

1.1 主要试剂材料和仪器设备

试剂、材料:氯化镁(MgCl₂·6H₂O,分析纯,天津市大茂化学试剂厂);碳酸铵((NH₄)₂CO₃,分析纯,天津市大茂化学试剂厂)。

仪器、设备:Ultima IV 型 X 射线衍射仪(日本 Rigaku 公司);S-3400N 型扫描电子显微镜(日本日立公司);BetterSize2000 型激光粒度仪(辽宁丹东百特仪器有限公司)。

1.2 方法

1.2.1 样品的制备

(1)前驱体三水碳酸镁的制备

配制浓度为 0.5 mol/L 的 MgCl₂ 溶液,加入 MgCl₂ 质量分数 7% 的聚乙二醇并搅拌均匀,再滴加浓度为 1~2.5 mol/L 的 (NH₄)₂CO₃ 溶液,使溶液中 $n(\text{CO}_3^{2-}) : n(\text{Mg}^{2+}) = 1 : 1$;将上述混合液于 30~60 °C 搅拌反应 50 min,抽滤,洗涤、烘干,获得前驱体 MgCO₃·3H₂O。

(2)微纳米氧化镁的制备

将制得的前驱体置于马弗炉中以 8 °C/min 的速率升温至 500~800 °C 焙烧 60~150 min,得到纳米多孔中空棒状 MgO。

1.2.2 样品的表征

采用日本 Rigaku 公司 Ultima IV 型 X 射线衍射仪对样品进行检测,辐射源为 CuKα 靶,λ=0.154 1 nm,管电压 40 kV,管电流 40 mA,扫描速度 15 (°)/min,扫描角度为 5°~90°。采用辽宁丹东百特 BetterSize2000 型激光粒度分析仪测颗粒粒度分布。采用日立公司 S-4800 型扫描电镜表征 MgO 与 MgCO₃·3H₂O 的微观形貌。

2 结果与讨论

2.1 沉淀剂浓度的影响

固定反应温度为 40 °C、焙烧温度为 600 °C、焙烧时间为 120 min,探究 (NH₄)₂CO₃ 溶液浓度 (1.0、1.5、2.0、2.5 mol/L) 对前驱体和焙烧产物物相组成、粒度组成的影响,结果如图 1~图 3 所示。

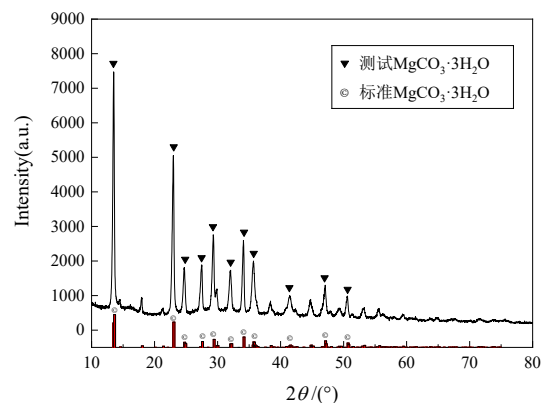


图 1 前驱体 MgCO₃·3H₂O 的 XRD 图谱
Fig. 1 XRD pattern of the precursor MgCO₃·3H₂O

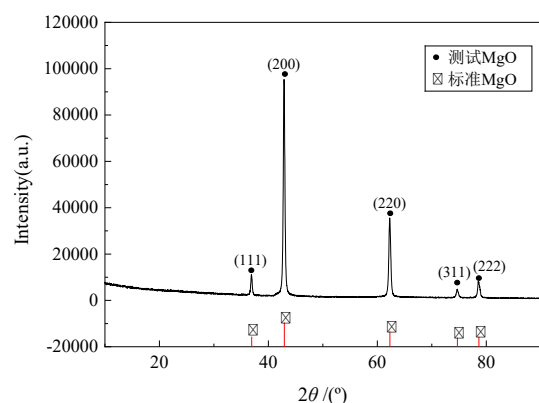


图 2 焙烧产物 MgO 的 XRD 图谱
Fig. 2 XRD plot of roasting product MgO

对沉淀剂浓度为 1.5 mol/L 时所得 MgCO₃·3H₂O 进行 XRD 检测,结果如图 1 所示。由图 1 可知,样品所有衍射峰均与三水碳酸镁(JCPDS 70-1433)的标准峰位完全对应,且基底平滑、衍射强度大,无其他杂质峰存在,表明制备所得前驱体 MgCO₃·3H₂O 结晶良好,纯度较高,后文对此不再赘述。

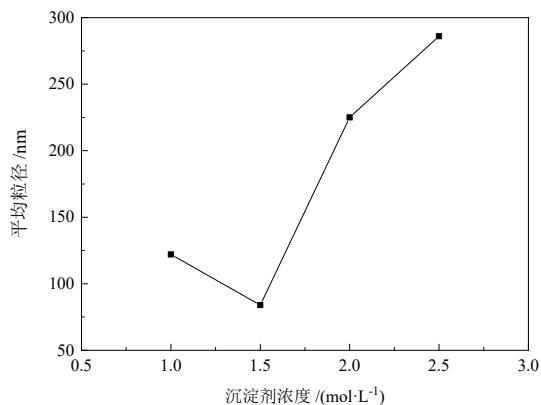


图3 沉淀剂浓度不同时产物的平均粒度变化曲线
Fig. 3 The average particle size change curve of the product when the precipitant concentration is different

图2为沉淀剂浓度为1.5 mol/L时焙烧所得MgO的XRD图像。观察图2可知,焙烧产物的所有衍射峰与标准氧化镁的标准峰(JCPDS 87-0652)一一对应,且图像基底平滑、衍射强度较高,无其他杂质峰存在,表明焙烧MgCO₃·3H₂O所得产物为结晶良好、纯度较高的MgO,后文对此不再赘述。

将不同沉淀剂浓度所制得的MgCO₃·3H₂O分别按前文固定条件焙烧,得到的MgO粒度如图3所示。分析图3可知,随着(NH₄)₂CO₃浓度增加,MgO平均粒径先减小后增大,当(NH₄)₂CO₃溶液浓度为1.5 mol/L时,MgO平均粒径最小。原因可能是晶核凝聚会影响晶核形成与成长速度,在(NH₄)₂CO₃溶液浓度较低时,MgO晶核之间碰撞概率小,凝聚作用可以忽略,在这个过程中晶核的成长速度远快于成核速度。随着(NH₄)₂CO₃溶液浓度增大,MgO晶核间碰撞几率增大,晶核生成速度大于成长速度,粒径减小。故选择1.5 mol/L为适宜的沉淀剂浓度。

2.2 反应温度的影响

固定沉淀剂浓度为1.5 mol/L、焙烧温度为600 °C、焙烧时间为120 min,探究反应温度(30、40、50、60 °C)对焙烧产物粒度组成的影响,结果如图4所示。

焙烧不同反应温度制得的MgCO₃·3H₂O所得产物的粒度如图4所示。由图4可以发现,随着反应温度增加,MgO平均粒径先减小后增大,当反应温度为40 °C时,平均粒径最小。原因可能是反应温度升至40 °C前,前驱体晶核生成速率大于生长速率,有利于生成较小的MgCO₃·3H₂O颗粒,故MgO的平均粒径也较小,而之后随着温度上升,晶体生长速率逐渐变快,大于其生成速率,导致MgO平均粒径也迅速增大。故选择40 °C为适宜的反应温度。

2.3 焙烧温度的影响

固定沉淀剂浓度为1.5 mol/L、反应温度为40 °C、焙烧时间为120 min,探究焙烧温度(500、600、700、

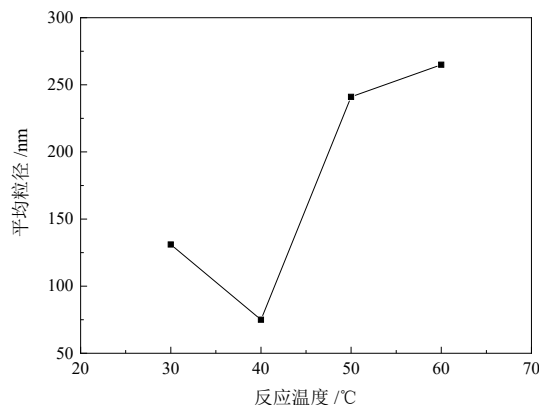


图4 反应温度不同时产物的平均粒度变化曲线
Fig. 4 Average particle size change curve of the product at different reaction temperatures

800 °C)对焙烧产物粒度组成的影响,结果如图5所示。

图5为焙烧温度不同时产物的平均粒度变化曲线。据图5可知,随着焙烧温度增加,MgO平均粒径先减小后增大,当焙烧温度为600 °C时,平均粒径最小。原因可能是当焙烧温度低于600 °C时,MgO中会有未完全分解的MgCO₃·3H₂O导致平均粒径变大,而焙烧温度过高容易使已生成的纳米MgO颗粒间发生不可逆的硬团聚。故选择600 °C为适宜的焙烧温度。

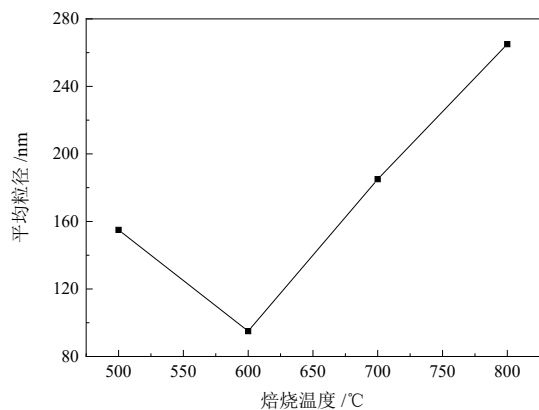


图5 焙烧温度不同时产物的平均粒度变化曲线
Fig. 5 Average particle size change curve of the product when the roasting temperature is different

2.4 焙烧时间的影响

固定沉淀剂浓度为1.5 mol/L、反应温度为40 °C、焙烧温度为600 °C,探究焙烧时间(60、90、120、150 min)对焙烧产物粒度组成的影响,结果如图6所示。

从图6可以看出,随着焙烧时间增加,产物平均粒径先减小后增大,当焙烧时间为120 min时,平均粒径最小。原因可能是在焙烧时间短于120 min时,MgCO₃·3H₂O未完全分解,因此延长时间会减小MgO平均粒径,而焙烧时间过长会导致颗粒聚集黏融产生硬团聚,进而导致MgO平均粒径迅速增大。故选择

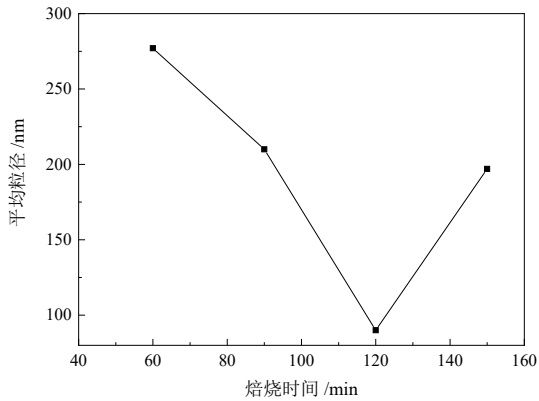


图 6 焙烧时间不同时产物的平均粒度变化曲线
Fig. 6 Average particle size change curve of the product at different roasting times

120 min 为适宜的焙烧时间。

2.5 红外光谱与 SEM 分析

综上所述,制备氧化镁的适宜条件为:沉淀剂浓

度为 1.5 mol/L,反应温度 40 ℃,焙烧温度 600 ℃,焙烧时间 120 min。适宜条件下制备的 MgO 红外光谱与 SEM 图如图 7 和图 8 所示。

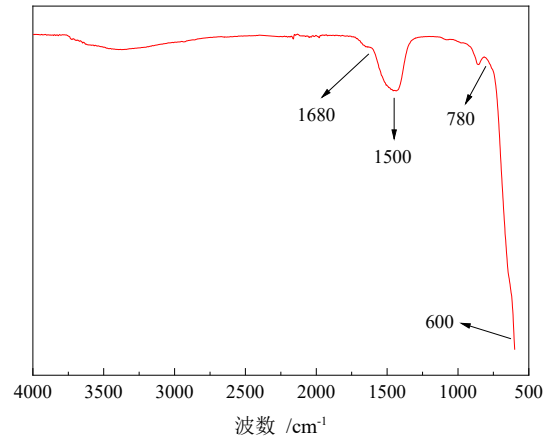


图 7 适宜条件所得产物的红外光谱图
Fig. 7 FTIR spectra of products obtained under suitable conditions

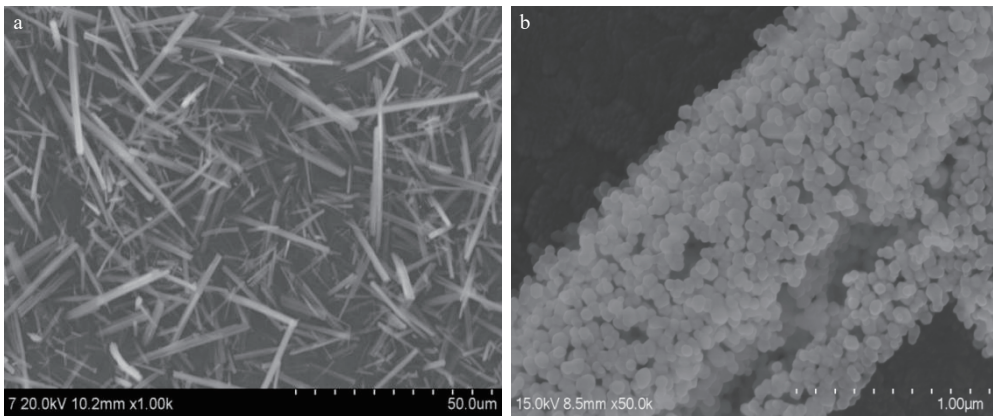


图 8 氧化镁的 SEM 图像(a)低倍镜图;(b)局部放大
Fig. 8 SEM image of magnesium oxide (a)Low magnification diagram; (b)Local magnification

适宜条件所得产物的红外光谱图如图 7 所示。观察图 7 可以看出:位于 1680 cm^{-1} 和 1500 cm^{-1} 处的吸收峰依然是水分子的羟基弯曲振动峰,这是因为微纳米 MgO 表面能较强,能够吸附水分子;780~600 cm^{-1} 处的吸收峰与 Mg-O 的伸缩振动有关。结合前述 XRD 分析结果可知,产物中含有 Mg、O 元素,与产物 FTIR 光谱特征带基团相一致,进一步确定所得产物为 MgO。

图 8 为适宜条件制备所得 MgO 的 SEM 图像。图 8(a) 中呈现出,制备所得 MgO 为表面光滑、分散性良好、直径为 0.9~2.5 μm 、最大长度为 48.5 μm 、最大长径比为 52 的纤维结构;图 8(b) 中呈现出,产物是由无数个直径小于 100 nm 的片互连接形成的多孔中空棒状 MgO。

2.6 氧化镁形成机理分析

将适宜条件下制备所得微纳米 MgO 进行高倍

TEM 和高倍 SEM 分析,结果分别如图 9 和图 10 所示。

以图 9、图 10 作为参考,可以看出,纳米 MgO 晶粒密集堆积成棒状,其原因可能是随着焙烧温度升高,前驱体棒状 $\text{MgCO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 中的 CO_2 和 H_2O 逸出,形成大量孔洞,随着焙烧时间的延长,晶格疏松的 $\text{MgCO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 局部收缩,MgO 原位成核并结晶生长,逐渐沿着前驱体结构堆积成棒状形貌^[25]。

图 11 为 MgO 晶粒生长示意图。图 11 显示出,在高温焙烧过程中前驱体 $\text{MgCO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 起到模板的作用,所以制得的 MgO 能够形成与之相同的尺寸和形貌。这种模板辅助生长技术能够非常有效地制备出分级结构纳米材料,其原理主要是借助模板的诱导作用或空间限制效应,使目标材料在模板中按照特定的方式生长,最终形成具有特殊形貌的纳米材料。

3 结论

(1) 以 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 为原料、 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 为沉淀剂,

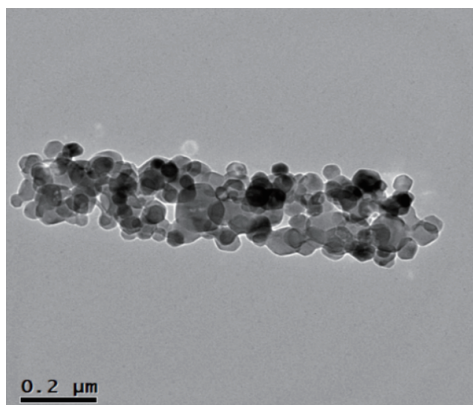


图 9 氧化镁的高倍 TEM 图像

Fig. 9 High-power TEM image of magnesium oxide

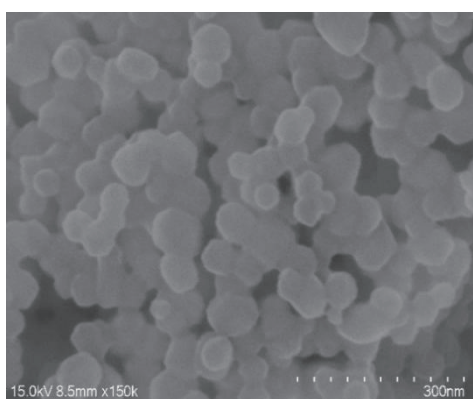


图 10 氧化镁的高倍 SEM 图像

Fig. 10 High-power SEM image of magnesium oxide

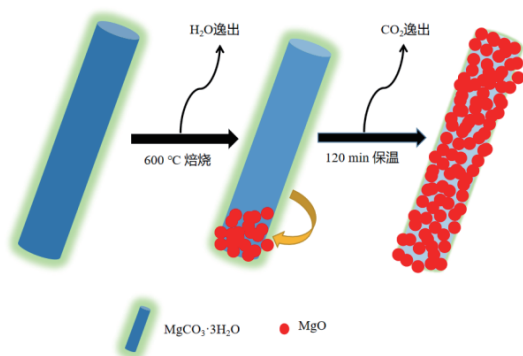


图 11 氧化镁晶粒的生长示意图

Fig. 11 Schematic diagram of the growth of magnesium oxide grains

当沉淀剂浓度为 1.5 mol/L、反应温度为 40 °C、焙烧温度为 600 °C、焙烧时间为 120 min 时,采用液相沉淀法制备了由平均粒径为 90 nm 的片状物相互连接的纳米多孔中空棒状 MgO。

(2) MgCO₃·3H₂O 焙烧制备 MgO 中起到模板作用, MgO 原位成核并结晶生长, 沿着前驱体结构堆积形成棒状形貌。

参考文献:

[1] JUN L, ZHU Q S, PENG W C, et al. Novel hierarchical Ni/MgO catalyst

for highly efficient CO methanation in a fluidized bed reactor[J]. *AIChE Journal*, 2017, 63(6): 2141–2152.

[2] LI J W, LI J, ZHU Q S. Carbon deposition and catalytic deactivation during CO₂ reforming of CH₄ over Co/MgO catalyst[J]. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 2018, 26(11): 2344–2350.

[3] R HALDER, S BANDY. Synthesis and optical properties of anion deficient nano MgO[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 693: 534–542.

[4] 刘珈伊, 王余莲, 时天骄, 等. 无水乙醇辅助低温直接法制备碱式碳酸镁晶体[J]. *中国粉体技术*, 2021, 27(1): 41–49.

LIU J Y, WANG Y L, SHI T J, et al. Absolute ethanol assisted low-temperature direct method to prepare basic magnesium carbonate crystals[J]. *Chinese powder technology*, 2021, 27(1): 41–49.

[5] NUNRUNG W, et al. The adsorption study of methylene blue onto MgO from various preparation methods[J]. *Environment Science Technology*, 2011, 4: 534–542.

[6] JIN Z, JIA Y, ZHANG K S, et al. Effective removal of fluoride by porous MgO nanoplates and its adsorption mechanism[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 675: 292–300.

[7] BREWER R T, ATWATER H A. Rapid biaxial texture development during nucleation of MgO thin films during ion beam-assisted deposition[J]. *Applied Physics Letters*, 2002, 80(18): 3388–3390.

[8] MA L A, LIN Z X, LIN J Y. Large-scale growth of ultrathin MgO nanowires and evaluate their field emission properties[J]. *Physical E*, 2009, 41: 1500–1503.

[9] AHMED S. CTAB-assisted fabrication of hierarchical flower-like magnesium oxide adsorbent for enhanced removal performance towards phosphate[J]. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2022.

[10] AHMED S, PAN J S, ASHIQ M N, et al. Ethylene glycol-assisted fabrication and superb adsorption capacity of hierarchical porous flower-like magnesium oxide microspheres for phosphate[J]. *Inorganic Chemistry Frontiers*, 2019, 6.

[11] RANDILIGAMA H, MANTILAKA M, PALIHAWADANA T C. Urea-assisted synthesis of nanospherical and plate-like magnesium oxides for efficient removal of reactive dye wastes[J]. *Journal of Nanomaterials*, 2020: 1–10.

[12] 王宝和, 张伟, 张文博. 共沸蒸馏置换干燥法制备纳米氧化镁粉体的研究[J]. *盐湖研究*, 2006, 14(3): 34–38.

WANG B H, ZHANG W, ZHANG W B. Study on the preparation of nano-magnesium oxide powder by azeotropic distillation displacement drying method[J]. *Salt Lake Research*, 2006, 14(3): 34–38.

[13] 高绪亮, 朱伟长. 氧化镁纳米粉体的制备[J]. *安徽工业大学学报*, 2014, 31(2): 140–142.

GAO X G, ZHU W C. Preparation of magnesium oxide nanopowders[J]. *Journal of Anhui University of Technology*, 2014, 31(2): 140–142.

[14] 管洪波, 王培, 赵壁英, 等. 低温固相法制备高比表面积的纳米 MgO[J]. *催化学报*, 2006, 27(9): 793–798.

GUAN H B, WANG P, ZHAO B Y, et al. Preparation of nano-MgO with high specific surface area by low-temperature solid-phase method[J]. *Chinese Journal of Catalysis*, 2006, 27(9): 793–798.

[15] 伊赞荃, 赵爱东, 翟学良. 碱式硫酸镁烧结法制备氧化镁晶须[J]. *无机盐工业*, 2007, 39(1): 28–30.

YI Z Q, ZHAO A D, QU X L. Magnesium oxide whiskers were prepared by basic magnesium sulfate sintering method[J]. *Inorganic salt industry*, 2007, 39(1): 28–30.

- [16] 薛冬峰, 邹龙江, 闫小星. 氧化镁晶须制备及影响因素考查[J]. 大连理工大学学报, 2007, 47(4): 488-493.
XUE D F, ZHOU L J, YAN X X. Preparation of magnesium oxide whiskers and examination of influencing factors[J]. Journal of Dalian University of Technology, 2007, 47(4): 488-493.
- [17] YAO J, SUN H R, YANG B, et al. Selective co-adsorption of a novel mixed collector onto magnesite surface to improve the flotation separation of magnesite from dolomite[J]. Powder Technol, 2020, 371: 180-189.
- [18] YAO J, SUN H R, HAN F, et al. Enhancing selectivity of modifier on magnesite and dolomite surfaces by pH control[J]. Powder Technol, 2020, 362: 698-706.
- [19] 时天骄, 王余莲, 刘珈伊, 等. 共沉淀法制备三水碳酸镁晶体及生长机理[J]. 中国粉体技术, 2021, 27(5): 120-127.
SHI T J, WANG Y L, LIU J Y, et al. Preparation of magnesium carbonate crystals trihydrate by co-precipitation and growth mechanism[J]. Chinese powder technology, 2021, 27(5): 120-127.
- [20] WANG Y L, LIU J Y, SHI T J, et al. Synthesis, characterization and mechanism of porous spherical nesquehonite by CO₂ biomimetic mineralization[J]. Advanced Powder Technology, 2022, 33(12).
- [21] WANG Y L, LIU J Y, SHI T J, et al. Preparation, properties and phase transition of mesoporous hydromagnesite with various morphologies from natural magnesite[J]. Powder Technol, 2020, 364: 822-830.
- [22] WANG Y L, LIU J Y, SHI T J, et al. Synthesis and pore structure construction mechanism of porous nesquehonite[J]. Powder Technol., 2022, 398: 117154.
- [23] 刘珈伊, 王余莲, 时天骄, 等. 菱镁矿气泡模板法制备三水碳酸镁晶体及其生长机理[J]. 矿产保护与利用, 2022, 42(2): 114-119.
LIU J Y, WANG Y L, SHI T J, et al. Preparation of magnesium carbonate crystals trihydrate by magnesite bubble template method and its growth mechanism[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2022, 42(2): 114-119.
- [24] 靳宝庆, 王余莲, 欧昌锐, 等. 三水碳酸镁催化酚醛聚合制备多孔炭及其性能研究[J]. 矿产保护与利用, 2020, 40(2): 139-145.
JIN B Q, WANG Y L, OU C R, et al. Magnesium carbonate trihydrate catalyzed phenolic polymerization to prepare porous carbon and its properties[J]. Mineral protection and utilization, 2020, 40(2): 139-145.
- [25] 李振兴, 陈建铭, 宋云华. 棒状氢氧化镁的合成[J]. 无机化学学报, 2010, 26(1): 8-12.
LI Z X, CHEN J M, SONG Y H. Synthesis of rod-like magnesium hydroxide[J]. Journal of Inorganic Chemistry, 2010, 26(1): 8-12.

Preparation of Nanoporous Hollow Rod-shaped Magnesium Oxide by Magnesium Carbonate Trihydrate Roasting Method

GUAN Rui¹, WANG Yulian¹, WAN Tiancheng¹, ZHANG Yifan¹, LI Jixun¹, DENG Feng¹, YU Yu¹, LI Keqing¹, SU Junzhang¹, SUN Haoran¹, HAN Huili¹, YUAN Zhigang¹, SU Desheng^{2,3}, ZHAO Lianxiang⁴

1. School of Materials Science and Engineering, Shenyang Ligong University, Shenyang 110159, China;

2. Liaoning Province Ultra high Power Graphite Electrode Material Professional Technology Innovation Center, Dandong 118100, China;

3. Liaoning Dan Carbon Group Corporation Limited, Dandong 118100, China;

4. The Military Representative Office of the Army Armament Department stationed in Shenyang stationed in Shenyang Region, Shenyang 110004, China

Abstract: The precursor $\text{MgCO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ was prepared by liquid phase precipitation using $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ as raw material and $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ as precipitant, and magnesium oxide with fiber structure was prepared by roasting the precursor. The effects of precipitant concentration, reaction temperature, roasting temperature and roasting time on the average particle size and phase composition of the product were mainly discussed, and the formation mechanism was explored. The results showed that when the concentration of precipitant was 1.5 mol/L, the reaction temperature was 40 °C, the roasting temperature was 600 °C, and the roasting time was 120 min, the nano-hollow rod-like magnesium oxide could be obtained, and the surface of which was connected by flakes to form a porous structure, and the precursor magnesium carbonate trihydrate played a template role in the high-temperature roasting process.

Keywords: magnesium carbonate trihydrate; magnesium oxide; hollow rod-shaped; roasting; template

引用格式: 关蕊, 王余莲, 宛天成, 张一帆, 李纪勋, 邓凤, 于雨, 李克卿, 苏峻樟, 孙浩然, 韩会丽, 袁志刚, 苏德生, 赵连祥. 三水碳酸镁焙烧法制备纳米多孔中空棒状氧化镁研究[J]. 矿产保护与利用, 2023, 43(3): 145-151.

GUAN Rui, WANG Yulian, WAN Tiancheng, ZHANG Yifan, LI Jixun, DENG Feng, YU Yu, LI Keqing, SU Junzhang, SUN Haoran, HAN Huili, YUAN Zhigang, SU Desheng, ZHAO Lianxiang. Preparation of nanoporous hollow rod-shaped magnesium oxide by magnesium carbonate trihydrate roasting method[J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2023, 43(3): 145-151.

投稿网址: <http://kcbhyly.xml-journal.net>

E-mail: kcbh@chinajournal.net.cn



通信作者简介:

王余莲(1986—),女,博士,教授,硕士生导师,博士生导师,辽宁省“百千万人才工程”千人层次,辽宁省一流本科专业负责人,辽宁省颗粒学会理事;主要从事矿物材料制备与应用研究;主持国家级、省部级项目8项,千万元、百万元级别企业合作项目3项;发表论文40余篇;获国家授权发明专利5项,出版著作3部;获省级教学成果奖1项。