

doi:10.3969/j.issn.2095-1744.2020.06.001

外力环境对氧化镁水化产物性能的影响

梁晓正,马玉新,李鸣铎,邢智博,白丽梅

(华北理工大学 矿业工程学院,河北 唐山 063009)

摘要:为解决氢氧化镁制备过程中存在的周期长、产品纯度低、形貌团聚等难题,探究了水化效果最佳的氧化镁活性条件,并在无外力、搅拌和超声三种环境下分别进行75℃、2 h常压水化反应制取氢氧化镁,分析了产物的纯度、形貌及粒度分布规律。结果表明:比表面积为4.59 m²/g的氧化镁原料水化速率适中,所得产物主要为0.5~3.5 μm细颗粒,且最大体积含量高达12%,仅存在少量100~130 μm的大颗粒,水化速率和产品粒度均为最佳。但无外力作用时水化产物纯度不够,氢氧化镁含量仅为35.6%,含有大量氧化镁杂质,团聚现象严重,产物粒度分布范围大,颗粒尺寸不均更是证实存在团聚现象;在搅拌作用下虽加快了水化反应,使氢氧化镁含量提高至55.9%,但加剧了氢氧化镁的团聚,使粒度变粗;超声作用克服了氧化镁的团聚问题,由于团聚现象微弱,氧化镁完全裸露在反应液中,加快反应速率的同时,也实现了氢氧化镁100%的转化率,保证了产品纯度和粒度,提高了产品分散性。

关键词:矿物加工;氢氧化镁;超声作用;常压水化反应;分散性

中图分类号:TQ031.2;TQ031.5 文献标志码:A 文章编号:2095-1744(2020)06-0001-08

Effect of External Force on Properties of Products Prepared from Hydration of MgO

LIANG Xiaozheng, MA Yuxin, LI Mingduo, XING Zhibo, BAI Limei

(College of Mining Engineering, North China University of Science and Technology, Tangshan 063009, China)

Abstract: In order to solve the problems existing in the preparation of magnesium hydroxide, such as long cycle, low product purity and morphology agglomeration, the activity values of magnesium oxide for the best hydration effect was studied. Magnesium hydroxide was prepared by hydration reaction under conditions of 75 ℃, 2 h, atmospheric pressure without external force, stirring and ultrasonic, the purity, morphology and particle sizes distribution of the products were analyzed. Results indicate that the magnesium oxide raw material with a specific surface area of 4.59 m²/g has a moderate hydration rate, and the obtained product is a fine-grained product, ranging from 0.5 to 3.5 μm. The maximum volume content is as high as 12%, and only a few large particles of 100-130 μm exist. Both hydration rate and product size are optimal. However, when there is no external force, the purity of hydration products is not enough. The magnesium hydroxide content is only 35.6%, containing a large number of magnesium oxide impurities. The agglomeration phenomenon is serious. The distribution range of particle size is large. The uneven particle size is confirmed the existence of agglomeration phenomenon. Although the hydration reaction is accelerated under stirring conditions, the magnesium hydroxide content rises to 55.9%. But the

收稿日期:2019-09-03

基金项目:国家自然科学基金资助项目(51504078);华北理工大学青年科学基金(Z201507);华北理工大学研究生创新项目(CXZZBS2019131)
Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China(51504078); Youth Science Research Foundation of North China University of Science and Technology(Z201507); Graduate Innovation Project of North China University of Science and Technology(CXZZBS2019131)

作者简介:梁晓正(1998—),男,本科生,主要从事氢氧化镁阻燃材料制备研究。

通信作者:马玉新(1989—),男,硕士,讲师,主要从事高分散氢氧化镁阻燃材料水化合成研究。

引用格式:梁晓正,马玉新,李鸣铎,等.外力环境对氧化镁水化产物性能的影响[J].有色金属工程,2020,10(6):01-08.

LIANG Xiaozheng, MA Yuxin, LI Mingduo, et al. Effect of External Force on Properties of Products Prepared from Hydration of MgO[J]. Nonferrous Metals Engineering, 2020, 10(6): 01-08.

agglomeration of magnesium hydroxide is aggravated and the particle size is coarsened. The ultrasonic function overcomes the agglomeration of magnesium oxide. Due to the weak agglomeration phenomenon, magnesium oxide is completely exposed in the reaction solution, which can accelerate the reaction rate and achieve the 100% conversion rate of magnesium oxide, ensure the purity and particle size of magnesium hydroxide, and improve the dispersion.

Key words: mineral processing; magnesium hydroxide; ultrasonic effect; hydration reaction in atmospheric pressure; dispersion

氢氧化镁作为一种新型环保阻燃剂,具有分解温度高、高效阻燃、消烟、填充量少、无毒无腐蚀等特性。氢氧化镁的制备方法主要有固相法、液相法以及气相法,其中以液相法应用最为广泛,其特点是合成过程可控,制备成本低廉,能耗低,但其产物纯度低、易团聚,在聚合物中难以均匀分散,使阻燃效率降低。于文强等^[1]以十二烷基硫酸钠和乙醇为分散剂,采用液相沉淀法制备氢氧化镁,获得较好分散效果,徐嘉欣等^[2]通过多条件水热实验提出升温或延长水热时间都能提高氢氧化镁颗粒的分散性,申红艳等^[3]研究了超重力沉淀法使氢氧化镁产品分散性能得到提升,童柯峰等^[4]通过硬脂酸钠改性氢氧化镁使其分散性得到明显改善,但以上方法均未从物理角度考虑外力环境对分散性的影响。本文在探究了水化效果最佳的氧化镁活性的基础上,从作用机理角度解释了不同外力环境对氧化镁水化产物性能的影响,所制备产品具有较好的纯度和分散性。

1 实验

1.1 实验材料

活性氧化镁原料($W_{\text{MgO}} > 95\%$),由菱镁矿高温煅烧后酸化除杂制得;无水乙醇,分析纯,天津市永大化学试剂有限公司;实验用水全部为去离子水,实验室自制。

1.2 实验方法

将氧化镁粉末加入到一定量的无水乙醇中,使得氧化镁初始浓度为 0.5 mol/L,放在超声波清洗器内进行超声分散预处理 10 min(超声功率为 100 W),得到氧化镁分散液。将装有 400 mL 去离子水的大烧杯置于大超声波清洗器内,加热至指定温度后加入氧化镁,设置无外力作用、搅拌和超声三种环境,在 75 °C 条件下反应 2 h,然后将氢氧化镁悬浊液抽滤得氢氧化镁沉淀,用无水乙醇洗涤三遍后,取部分沉淀分散于无水乙醇中,剩余沉淀烘干密封真空保存。

1.3 表征方法

采用 X 射线衍射仪(D/MAX2500PC; 日本理学

株式会社,XRD),以 10 °/min 从 10°扫描到 90°,分析晶体结构及纯度。将水合产品超声分散,制样喷金,置于聚焦离子束发射扫描电子显微镜(JEM-2800F;美国 FEI 仪器公司,SEM)下,观察水合产物的形貌。取 0.1 g 样品放入去离子水中超声分散采用全自动激光粒度分析仪(NKT6100-D;北京海鑫瑞科技有限公司)分析产品粒度。

2 结果与讨论

2.1 氧化镁活性对氢氧化镁晶体性能的影响

采用比表面积测定法和氯离子吸附法相结合^[5],建立起了氧化镁比表面积与活性的关系,其结果如表 1 所示。由表 1 可知,五种活性的氧化镁其比表面积值存在较大的区别,按照序号 A-E 的顺序,五种氧化镁的比表面积依次减小,其活性依次降低。由于氧化镁活性不同,其晶格缺陷程度不同,代表着水化反应能力的不同。

表 1 不同活性氧化镁的比表面积

Table 1 Specific surface areas of different active magnesium oxide

Number	A	B	C	D	E
specific surface area / ($\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$)	7.39	6.78	4.59	3.05	2.41
$\Delta n_{\text{Cl}^-} / (\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1})$	22.7	20.48	16.2	13.6	12.85

图 1 为不同活性氧化镁的 XRD 谱图,可以看出比表面积高于 4.59 m^2/g 的氧化镁,其主要成分为 MgO ,含有少量的 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$;比表面积为 3.05 m^2/g 和 2.41 m^2/g 的氧化镁,其成分全部为 MgO 。这说明随着氧化镁比表面积的逐渐减小,氧化镁的特征衍射峰变得更加尖锐,半峰宽变窄,氧化镁晶体的结晶度越好,晶格缺陷越少,活性越差。

结合不同活性氧化镁的比表面积、晶相分析可知,随着氧化镁比表面积的减小,其结晶度变好,晶格缺陷变少,从而氧化镁活性降低,明显的过渡期发生在 3.05 ~ 4.59 m^2/g 。

因此以该五种活性的氧化镁为原料进行水化实验,温度为 75 °C,超声功率为 100 W,水化时间为 2 h,对制备出的氢氧化镁产品绘制粒度分布曲线,如图 2 所示。

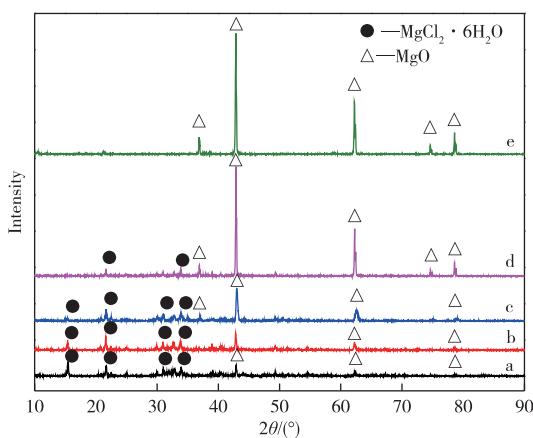


图1 不同表面积活性氧化镁的XRD谱图:
(a) $7.39 \text{ m}^2/\text{g}$; (b) $6.78 \text{ m}^2/\text{g}$; (c) $4.56 \text{ m}^2/\text{g}$;
(d) $3.05 \text{ m}^2/\text{g}$; (e) $2.41 \text{ m}^2/\text{g}$

Fig. 1 The XRD patterns of different active magnesium oxide with different specific surface area:
(a) $7.39 \text{ m}^2/\text{g}$; (b) $6.78 \text{ m}^2/\text{g}$; (c) $4.56 \text{ m}^2/\text{g}$;
(d) $3.05 \text{ m}^2/\text{g}$; (e) $2.41 \text{ m}^2/\text{g}$

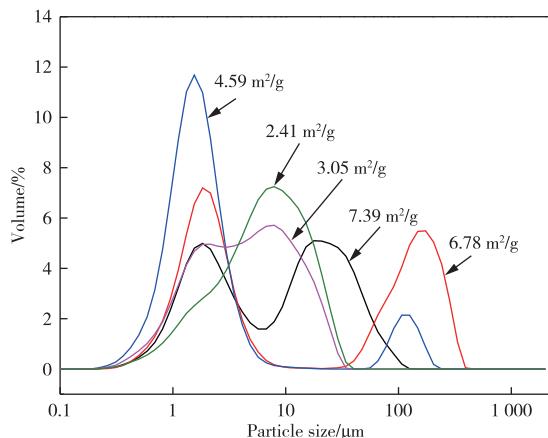


图2 不同活性氧化镁水化产物的粒度分布曲线
Fig. 2 The particle size curves of different active magnesium oxide hydrated products

由图2可知,随着氧化镁比表面积的减小,粒度分布由双峰变为单峰,大颗粒逐渐消失;在比表面积居中时,其产物粒度分布为小粒级,含量高于其它产物;比表面积再减小,产物的粒度变大。其中比表面积为 $4.59 \text{ m}^2/\text{g}$ 的活性氧化镁水化产物主要为细粒级产品,范围在 $0.5\sim3.5 \mu\text{m}$,且最大体积含量高达12%,仅存在少量 $100\sim130 \mu\text{m}$ 的大颗粒,分散性能最佳。

综合以上可知,氧化镁活性好,水化反应速率快,但容易出现硬团聚和氢氧化镁片层堆积现象,使得产物中存在大粒级颗粒;氧化镁活性位于中间值,水化速率适中,能够完全转化生成氢氧化镁晶体,减

弱包裹和原位生长现象,同时水化产物粒度集中为小粒级,并且生成的氢氧化镁晶体尺寸较为均匀,但依然存在团聚;氧化镁活性差时,水化反应速率慢,在相同反应时间内氧化镁不能完全转化为氢氧化镁,粒度分布主要由原来氧化镁的尺寸决定。综合考虑水化速率和产品粒径,确定了比表面积为 $4.59 \text{ m}^2/\text{g}$ 是制备氧化镁的最佳条件。

2.2 外力方式对氢氧化镁晶体性能的影响

2.2.1 无外力作用对氢氧化镁晶体性能的影响

以比表面积为 $4.59 \text{ m}^2/\text{g}$ 的活性氧化镁为原料,在 75°C 水浴温度下完成氧化镁水化制备氢氧化镁的反应,反应过程中产物的形貌如图3所示,粒度分布曲线如图4所示。

观察图3可发现,水化反应10 min(图3a)的产物为棍状,其表面被片层结构紧密包裹;反应40 min(图3b)产物存在棍状结构,且生成的片状出现严重的堆积现象;反应60 min(图3c)时,棍状结构消失,片层堆积整体体积变大,且穿插现象明显;反应120 min(图3d)时,部分生长完成的六方片分散在溶液中,但依然存在团聚形态。可见无外力环境下的水化反应过程,产物形貌改变由棍状逐渐变为片状,生长发育良好的晶体最终生长为六方片状^[6-7],而其他片层由于分子间作用力及原位生长等因素的影响,呈现出包裹团聚态。

根据图4可知,无外力环境中随着水化时间的延长,产物的粒度分布逐渐趋于大颗粒分布,水化10 min产物的 $D_{50}=2.45 \mu\text{m}$, $D_{90}=6.89 \mu\text{m}$,体积加权平均径为 $3.33 \mu\text{m}$,晶体粒度较大,符合SEM照片中棍状物的长度尺寸;水化40 min产物的 $D_{50}=3.07 \mu\text{m}$, $D_{90}=7.86 \mu\text{m}$,体积加权平均径为 $3.89 \mu\text{m}$,产物粒度较之前有所增加,可见新生物附着包裹在氧化镁表面,使其粒度变大;水化60 min产物的 $D_{50}=4.00 \mu\text{m}$,体积加权平均径为 $5.04 \mu\text{m}$,与SEM照片相符,水化产物的颗粒继续增大,片状堆叠,穿插在氧化镁表面,阻碍内部氧化镁水化反应;水化120 min产物的 $D_{50}=5.91 \mu\text{m}$,体积加权平均径为 $7.44 \mu\text{m}$,粒度曲线右移偏向大尺寸,说明水化过程氢氧化镁主要在氧化镁表面成核进行原位生长^[8-9],颗粒体积不断增大,结合SEM照片,伴有少量溶液中自由生长的氢氧化镁片状小晶粒。

结合水化产物的形貌和粒度分布可以知道,无外力环境中,氧化镁溶解生成的 Mg^{2+} 多吸附在氧化镁颗粒表面成核生长,无外力作用抵抗阻止这种原位生长,所以随着时间的增加,氢氧化镁原位生长

现象越来越严重,导致颗粒越来越大,水化过程中伴有少量氢氧化镁在溶液中自由生长,得到小尺寸的

晶体颗粒,造成了粒度分布范围宽,晶体颗粒尺寸不均匀的现象。

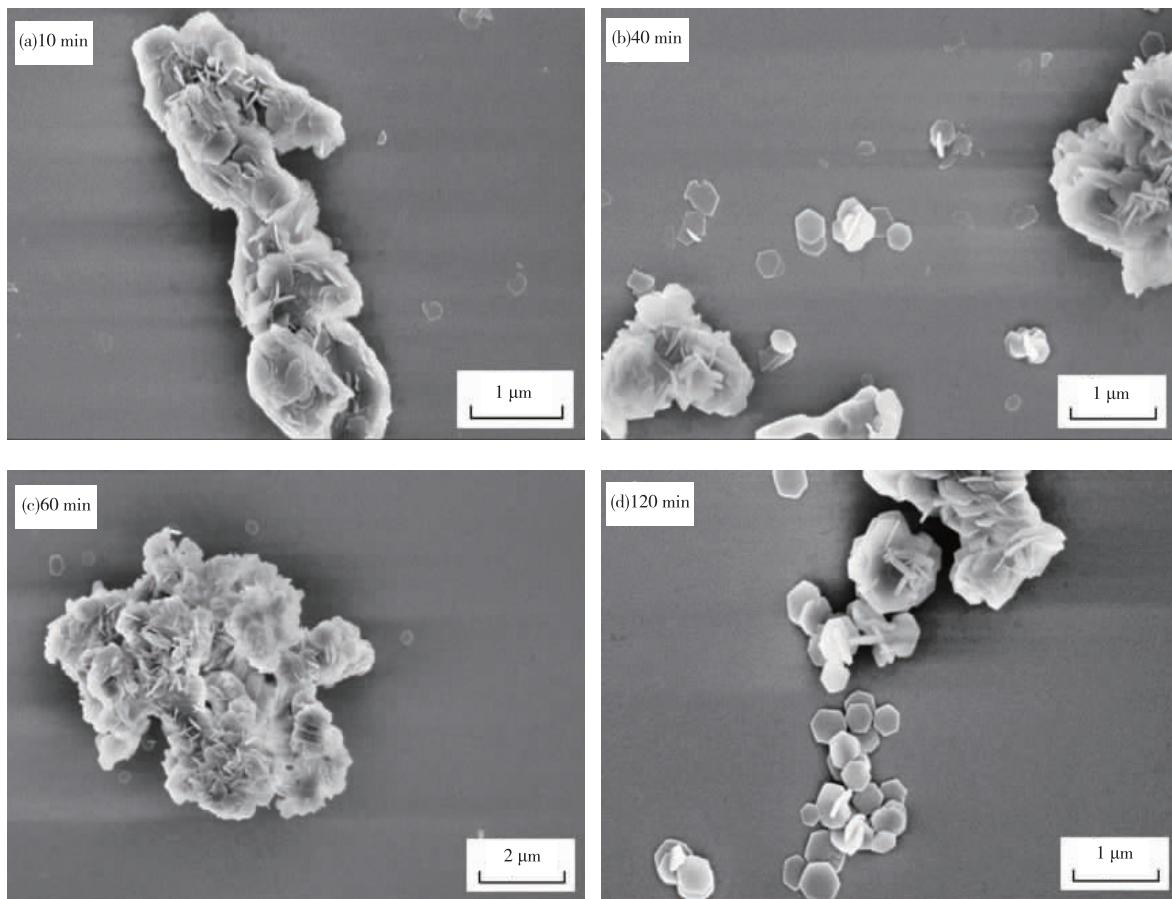


图 3 无外力环境中不同水化时间产物 SEM 照片

Fig. 3 SEM morphology of hydrated products at different reaction time under unforced condition

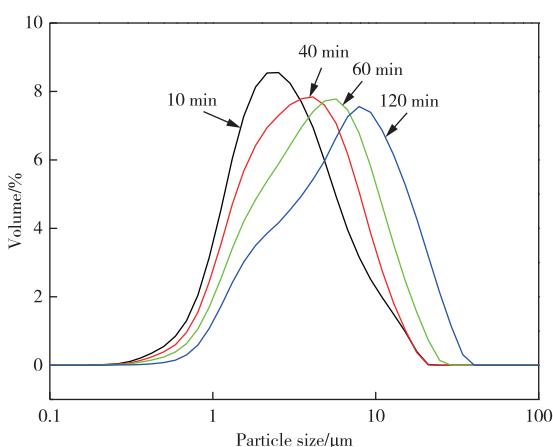


图 4 无外力环境中不同水化时间产物的粒度分布曲线

Fig. 4 The particle size curves of hydrated products at different reaction time under unforced condition

2.2.2 搅拌作用对氢氧化镁性能的影响

以比表面积为 $4.59 \text{ m}^2/\text{g}$ 的活性氧化镁为原料, 在 75°C 水浴温度下以机械搅拌的方式辅助完成氧化镁水化制备氢氧化镁的反应, 转速为 $700 \text{ r}/\text{min}$ ^[10]。反应过程中产物的形貌如图 5 所示, 粒度分布曲线如图 6 所示。

由图 5 可知, 反应 10 min(图 5a) 棒状物表面生长有片层结构, 完全贴服在棒状表面, 部分片层垂直附着在棒状表面, 所以棒状表面没有完全被包裹, 依旧存在裸露的表面; 反应 40 min(图 5b) 棒状结构大面积溶解, 在其溶解面出现片层穿插堆积态; 反应达到 60 min(图 5c) 时有小尺寸片状晶体分散溶液中, 但主要形态还是团聚态, 且团聚物变大; 直到 120 min(图 5d), 产物形态为大尺寸的团聚态, 内部由穿插片状组成, 周围散落一些分散性好的片状微晶。

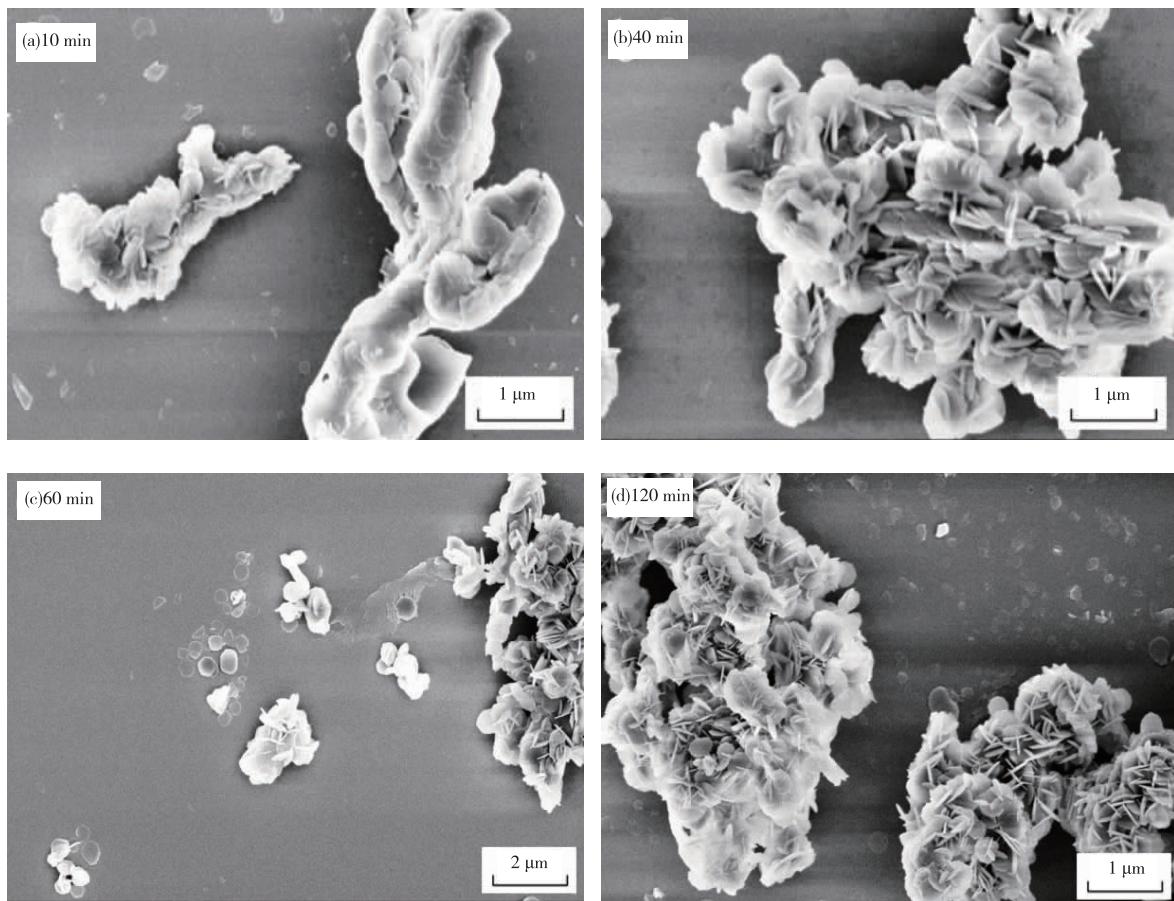


图 5 搅拌作用下不同水化时间产物的 SEM 照片

Fig. 5 SEM morphology of hydrated products at different reaction time under stirring condition

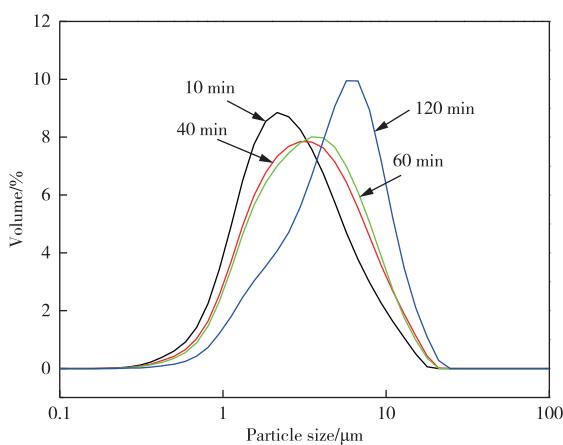


图 6 搅拌作用下不同水化时间产物的粒度分布曲线

Fig. 6 The particle size curves of hydrated products at different time under stirring condition

由图 6 可以看到, 水化 10 min 产物的 $D_{50} = 2.32 \mu\text{m}$, $D_{90} = 6.28 \mu\text{m}$, 体积加权平均径为 $3.08 \mu\text{m}$, 晶体粒度与 SEM 照片棍状物相符, 可见其主要为棍状氧化镁, 和黏结在一起的棍团聚结构; 水化 40 min 产物的 $D_{50} = 2.91 \mu\text{m}$, $D_{90} = 7.83 \mu\text{m}$,

体积加权平均径为 $3.80 \mu\text{m}$, 晶体颗粒尺寸变大, 片状晶体在溶解的棍状物表面直接开始晶体生长; 水化 60 min 产物的 $D_{50} = 3.07 \mu\text{m}$, $D_{90} = 7.84 \mu\text{m}$, 体积加权平均径为 $3.89 \mu\text{m}$, 与水化 40 min 产物的粒度相差不多; 水化 120 min 产物的 $D_{50} = 4.71 \mu\text{m}$, $D_{90} = 9.89 \mu\text{m}$, 体积加权平均径为 $5.31 \mu\text{m}$, 粒度曲线明显右移, 晶体尺寸变大, 团聚体变大。随着水化时间的后延, 氧化镁硬团聚严重, 氢氧化镁原位生长加剧, 导致产物粒径变大, 粒度分布范围变广, 颗粒尺寸更加不均匀。

结合产物形貌和粒度分布情况说明, 搅拌作用加快了氧化镁的水化速度, 促进晶体生长, 但没有消除原位生长, 反而加剧了氢氧化镁的团聚。

2.2.3 超声作用对氢氧化镁性能的影响

以比表面积为 $4.59 \text{ m}^2/\text{g}$ 的活性氧化镁为原料, 在 75°C 水浴温度下, 以超声作用辅助完成氧化镁水化制备氢氧化镁的反应, 超声功率为 100 W ^[11-12]。反应过程中产物的形貌如图 7 所示, 粒度分布曲线如图 8 所示。

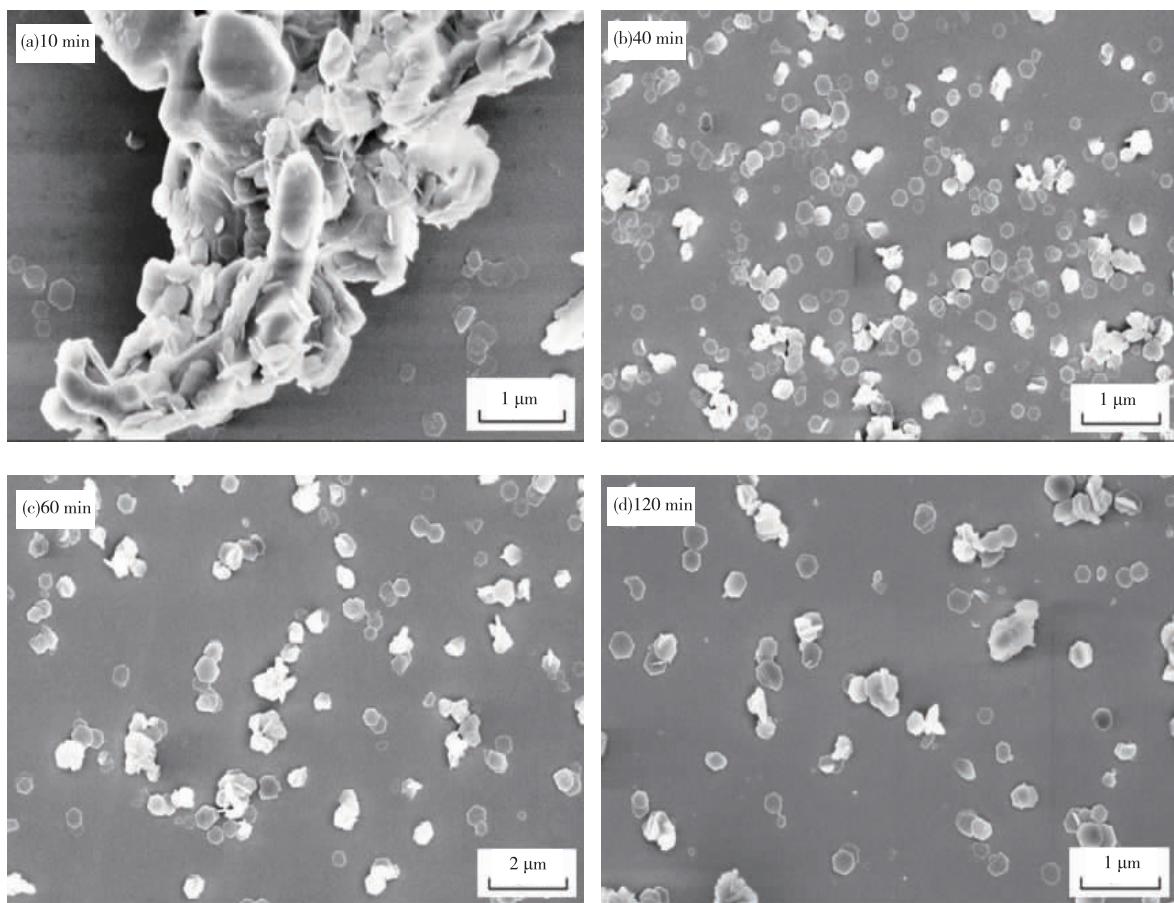


图 7 超声作用下不同水化时间产物的 SEM 照片

Fig. 7 SEM morphology of hydrated products at different time under ultrasonic condition

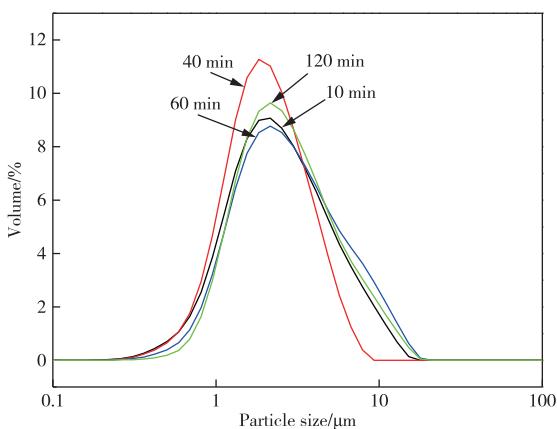


图 8 超声作用下不同水化时间产物的粒度分布曲线

Fig. 8 The particle sizes of hydrated products at different reaction time under ultrasonic condition

根据图 7 可知, 水化反应 10 min(图 7a)有片层结构生成, 分散与溶液中或附着在棍状氧化镁表面, 并且氧化镁出现溶解变短伴有聚集的现象; 水化反应增加到 40 min(图 7b)时, 晶核较好地分散在溶液中, 存在少许微团聚态, 棍状形态完全消失; 反应时间继续延长到 60 min(图 7c)和 120 min(图 7d), 片

层变得更加分散, 可见六方形片层, 部分为不规则形状。分析整个过程可知, 超声作用促使氧化镁溶解重结晶过程的顺利进行, 抑制了氢氧化镁在氧化镁表面的原位生长, 将少许附着在氧化镁表面的氢氧化镁剥落, 同时加快了氧化镁水化反应的发生。

观察图 8 可知, 氧化镁水化 10 min 产物的 $D_{50} = 2.16 \mu\text{m}$, 体积加权平均径为 $2.85 \mu\text{m}$, 晶粒尺寸在 $1 \sim 3 \mu\text{m}$ 之间体积含量最大为 54.55%; 水化 40 min 产物的 $D_{50} = 1.84 \mu\text{m}$, 晶粒尺寸在 $1 \sim 3 \mu\text{m}$ 之间体积含量最大为 66.02%, 粒度明显变细; 水化 60 min 产物的 $D_{50} = 2.40 \mu\text{m}$, 体积加权平均径为 $3.28 \mu\text{m}$, 晶粒尺寸在 $1 \sim 3 \mu\text{m}$ 之间体积含量最大为 51.95%, 产物粒度变粗; 水化 120 min 产物的 $D_{50} = 2.34 \mu\text{m}$, 体积加权平均径为 $3.12 \mu\text{m}$, 晶粒尺寸在 $1 \sim 3 \mu\text{m}$ 之间体积含量最大为 56.04%, 细粒级产物含量增加。在水化时间 40 min 时, 产物的粒度最细, 水化 60 min 产物颗粒变大, 水化 120 min 产物颗粒再次变小, 说明氧化镁水化存在溶解重结晶的过程^[13], 在晶核长大后, 超声作用将打破分子

间力使得团聚物分散,粒度再次变小。

图9为三种作用方式下氧化镁水化2 h产物的XRD谱图,由图9可以看出无外力环境中存在大量的氧化镁晶相,通过RIR法计算得到氧化镁含量为64.4%,氢氧化镁含量为35.6%,说明水化2 h氧化镁转化率不足50%;搅拌作用下,物相分析中同样可以明显观察到氧化镁的衍射特征峰,氧化镁和氢氧化镁含量分别为44.1%和55.9%,说明搅拌作用提高了氧化镁的转化率和氢氧化镁的含量;在超声作用下,水化2 h产物的物相检测结果全部为氢氧化镁,证明氧化镁全部转化。

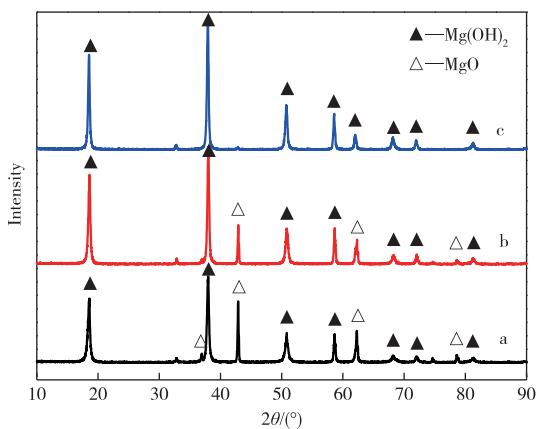


图9 不同外力环境中水化2 h产物的XRD谱图:
(a)无外力作用;(b)搅拌作用;(c)超声作用

Fig. 9 The XRD patterns of products hydrated for 2 h under different condition: (a) unforced;
(b) stirring; (c) ultrasound

综合超声作用下产物形貌和粒度分布可知,超声能够提供反应所需的能量,并伴有空化作用,在反应开始阶段空化作用即发挥效果^[14],促进氧化镁的溶解,抑制镁离子在氧化镁表面的附着,使得产物粒度变小。由于超声功率限制,氢氧化镁分子间极性作用依然较强,使得片状出现部分堆积团聚,因此粒度再次变大。

3 结论

1) 氧化镁比表面积越大,结晶度越差,晶格缺陷越多,活性越好,水化速率越快,但只有比表面积居中时,其产物粒度分布为小粒级,且含量高于其它粒级产物。综合考虑水化速率和产品粒径,确定了比表面积为4.59 m²/g是氧化镁原料的最佳条件。

2) 对比三种外力作用方式下水化产物的性质检测结果可知,外力作用对氧化镁水化率起到了重要的影响。无外力环境中水化产物纯度不够,含有大

量氧化镁杂质,团聚现象严重,产物粒度分布范围大,颗粒尺寸不均更是证实存在团聚现象。搅拌作用加快了水化反应,提高了氢氧化镁含量,但加剧了氢氧化镁的团聚,粒度变粗。超声作用克服了氧化镁的团聚问题,由于团聚现象微弱,氧化镁完全裸露在反应液中,加快反应速率的同时,也实现了氧化镁100%的转化率,保证了氢氧化镁产品的纯度和分散性。

参考文献:

- [1] 于文强,乔建江.高分散高微细阻燃型氢氧化镁合成工艺的研究[J].华东理工大学学报(自然科学版),2016,42(4):521-528.
YU Wenqiang, QIAO Jianjiang. Synthesis of flame retardant magnesium hydroxide with high dispersion and high degree of fineness[J]. Journal of East China University of Science and Technology(Natural Science Edition), 2016, 42(4): 521-528.
- [2] 徐嘉欣,颜粉鸽,黄建翠,等.高分散型六角片状氢氧化镁的制备与表征[J].盐科学与化工,2018,47(3):14-21.
XU Jiaxin, YAN Fenge, HUANG Jiancui, et al. Study on preparation of hexagonal magnesium high dispersion hydroxide[J]. Journal of Salt Science and Chemical Industry, 2018, 47(3): 14-21.
- [3] 申红艳,刘有智,马鹏程,等.不同制备方法对纳米氢氧化镁性能的影响[J].化工进展,2016,35(4):1149-1153.
SHEN Hongyan, LIU Youzhi, MA Pengcheng, et al. Effect of different preparation methods on the properties of magnesium hydroxide nanoparticles[J]. Chemical Industry and Engineering Progress, 2016, 35(4):1149-1153.
- [4] 童柯锋,杨小波,杨冬冬,等.硬脂酸改性氢氧化镁分散性能的研究[J].盐业与化工,2013,42(11):32-38.
TONG Kefeng, YANG Xiaobo, YANG Dongdong, et al. Research on dispersing performance of magnesium hydroxide modified by stearic acid[J]. Journal of Salt and Chemical Industry, 2013, 42(11): 32-38.
- [5] 王素平.高活性氧化镁的制备与吸附性能的研究[D].天津:天津大学,2015.
WANG Suping. Study on the synthesis and adsorption properties of high active MgO [D]. Tianjin: Tianjin University, 2015.
- [6] 周永红,范天博,刘露萍,等.六方片状氢氧化镁的合成及其第一性原理分析[J].化工学报,2016,67(9):3843-3849.
ZHOU Yonghong, FAN Tianbo, LIU Luping, et al. Preparation of hexagonal plates of magnesium

- hydroxide and mechanism analysis with first principles[J]. CIESC Journal, 2016, 67(9):3843-3849.
- [7] 赵卓雅. 六角片状氢氧化镁阻燃剂的制备及其应用性能研究[D]. 天津:天津大学, 2014.
ZHAO Zhuoya. Study on preparation and application of hexagonal magnesium hydroxide flame retardant[D]. Tianjin: Tianjin University, 2014.
- [8] 闫小星. 在微观尺度上研究 Mg^{2+} 离子的结晶行为[D]. 大连:大连理工大学, 2007.
YAN Xiaoxing. Microscopic study of the crystallization of Mg^{2+} cation [D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2007.
- [9] YUAN Q, LU Z, ZHANG P, et al. Study of the synthesis and crystallization kinetics of magnesium hydroxide[J]. Materials Chemistry and Physics, 2015, 162:734-742.
- [10] 周进龙. 连续搅拌结晶制备大颗粒硫酸钠实验研究及模拟分析[D]. 湘潭:湘潭大学, 2015.
ZHOU Jinlong. Experimental research and numerical simulation on the preparation of large particles of sodium in continuous stirring crystallization[D]. Xiangtan: Xiangtan University, 2015.
- [11] 赵小进. 超声对亚硫酸钙晶粒形成及其形态的影响研
究[D]. 广西柳州:广西工学院, 2010.
ZHAO Xiaojin. Effect of ultrasound on crystallization process of calcium sulfite and its crystal morphology[D]. Liuzhou: Guangxi University of Technology, 2010.
- [12] 丘泰球, 张喜梅. 超声处理溶液中蔗糖晶体的生长[J]. 华南理工大学学报(自然科学版), 1996(6):110-114.
QIU Taiqiu, ZHANG Ximei. Suger crystal growth from solution under ultrasound treatment condition[J]. Journal of South China University of Technology : Natural Science, 1996(6):110-114.
- [13] 王雷. 氢氧化镁的结晶工艺设计[D]. 大连:大连理工大学, 2008.
WANG Lei. Design of crystallization processes of magnesium hydroxide[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2008.
- [14] 程效锐, 张舒研, 房宁. 超声空化技术在化工领域的应用研究进展[J]. 应用化工, 2018, 47(8):1753-1757.
CHENG Xiaorui, ZHANG Shuyan, FANG Ning. Research progress and application situation of the ultrasonic cavitation technology in chemical industry field[J]. Applied Chemical Industry, 2018, 47(8):1753-1757.