

# 轻烧镁粉制备超细片状氢氧化镁

汪 艳<sup>1</sup>, 王 伟<sup>1</sup>, 张 俊<sup>2</sup>, 胡 珊<sup>2</sup>

(1. 武汉工程大学材料科学与工程学院, 湖北 武汉 430074;

2. 中国地质大学材料与化学学院, 湖北 武汉 430074)

**摘 要:**以轻烧镁粉为镁源, 氨水为沉淀剂, 采用直接沉淀法制备超细片状氢氧化镁. 通过粒度测试仪研究了不同反应条件对氢氧化镁平均粒径的影响, 最终得到合成氢氧化镁的最佳工艺条件. 利用 X 射线衍射、热失重分析、扫描电子显微镜和红外光谱仪对产物氢氧化镁进行了表征. 分析了表面活性剂对制备氢氧化镁的影响. 结果表明: 实验所得产物为超细氢氧化镁, 且晶体比较完善, 形貌为六方片状. 最佳合成工艺条件为反应温度 40 ℃、反应时间 1.5 h、氨水的用量和滴加速度分别为 170 mL 和 12 mL/min; 添加阴离子表面活性剂十二烷基苯磺酸钠能有效改善氢氧化镁的分散性和形貌.

**关键词:**轻烧镁粉; 粒度; 表面活性剂; 形貌

**中图分类号:** O611.4; O611.3

**文献标识码:** A

**doi:** 10.3969/j.issn.1674-2869.2013.01.009

## 0 引 言

氢氧化镁的用途非常广泛, 主要应用于环保和阻燃两方面. 由于氢氧化镁具有无毒、抑烟和填充三方面的优势, 因此氢氧化镁是一种非常环保的阻燃剂, 应用量非常之大. 而作为阻燃用氢氧化镁必须有规整的形貌, 如片状、纤维状或其他形状, 这就要求合成氢氧化镁时必须控制氢氧化镁的形貌. 氢氧化镁的主要生产方法有直接沉淀法、水镁石粉碎法、氧化镁水化法等<sup>[1-4]</sup>. 张波、李丽娟等<sup>[5]</sup>介绍了一种以硫酸镁为原料制备花球状氢氧化镁阻燃剂的方法. Yi Ding<sup>[6]</sup>等人用不同的镁盐和碱液制备了纳米针状、片状、纤维状、粒状的不同晶型的氢氧化镁; Chenlin Yan<sup>[7]</sup>等用氯化镁和尿素在不加入任何表面活性剂的情况下合成了分布均匀的纳米花瓣状的  $Mg(OH)_2$ .

本文利用菱镁矿煅烧所得轻烧镁粉为镁源, 氨水为沉淀剂, 采用直接沉淀法制备了超细片状氢氧化镁. 本文还研究了阴离子表面活性剂十二烷基苯磺酸钠对氢氧化镁分散性和形貌的影响. 本文研究的意义在于有效利用菱镁矿, 节约矿产资源, 提高其利用率和附加值.

## 1 实验部分

### 1.1 实验原料和仪器

轻烧镁粉, 工业级, 沈阳万众三威股份有限公

司; 氯化铵, 分析纯, 天津博迪化工股份有限公司; 氨水, 分析纯, 天津天力化学试剂有限公司; 十二烷基苯磺酸钠, 分析纯, 国药集团化学试剂有限公司.

数显控温电热套: SXKW, 北京市永光明医疗仪器厂; 扫描电子显微镜(SEM): JSM-6390LV, 日本电子株式会社; X-射线衍射仪(XRD): D/Max2500, 日本 Rigaku 公司; 红外光谱仪: Nicolet 6700, Thermo Electron Corp, USA; 热失重分析仪: STA-409, 德国 Netsch 公司; 激光粒度仪: JL-1155, 四川省轻工业研究设计院.

### 1.2 实验过程

第一步: 轻烧镁粉的消化. 按一定比例取轻烧镁粉和氯化铵加入到 1 000 mL 的三口烧瓶中, 再取 500 mL 蒸馏水加入三口烧瓶中, 开动搅拌, 当温度达到 110 ℃时记时反应 1 h, 反应结束后抽滤得到氯化镁溶液.

第二步: 超细片状氢氧化镁的制备. 将第一步制备的氯化镁溶液加入到三口烧瓶中加热搅拌, 当达到设定的温度后, 开始滴加氨水, 达到反应时间后停止搅拌. 数次洗涤所得溶液, 直到检测不到  $Cl^-$  为止. 然后将沉淀过滤得到滤饼, 将滤饼放入真空干燥箱中于 80 ℃烘 6 h, 最后得到白色粉末状物质. 在氯化镁溶液中加入十二烷基苯磺酸钠之后再滴加氨水就得到表面改性氢氧化镁.

## 2 结果与讨论

### 2.1 不同反应条件对氢氧化镁平均粒径的影响

#### 2.1.1 反应温度对氢氧化镁平均粒径的影响

图 1 为反应温度对合成氢氧化镁粉体平均粒径的影响. 由图可知, 温度低时, 由于  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  溶解度大, 溶度积高, 溶液局部过饱和度小, 离子活性低, 扩散慢, 因而晶体成核速率小, 产物粒径大. 随着温度的升高,  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  溶解度减小, 溶度积降低, 过饱和度变大, 因而成核速率变大,  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  的粒径减小. 但是当温度继续升高, 粒子运动加快, 因而不利于晶体成核, 生成的  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  会发生团聚, 产物平均粒度又增大.

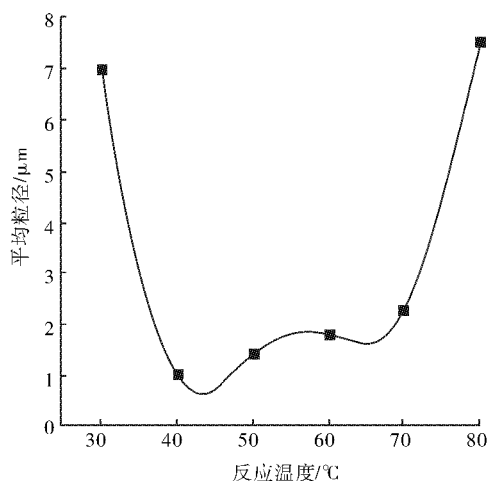


图 1 反应温度对合成氢氧化镁平均粒径的影响

Fig. 1 Effect of reaction temperature on average particle size of  $\text{Mg}(\text{OH})_2$

#### 2.1.2 反应时间对氢氧化镁平均粒径的影响

图 2 为反应时间对合成氢氧化镁粉体平均粒径的影响. 由图可知, 随着反应时间的延长, 合成

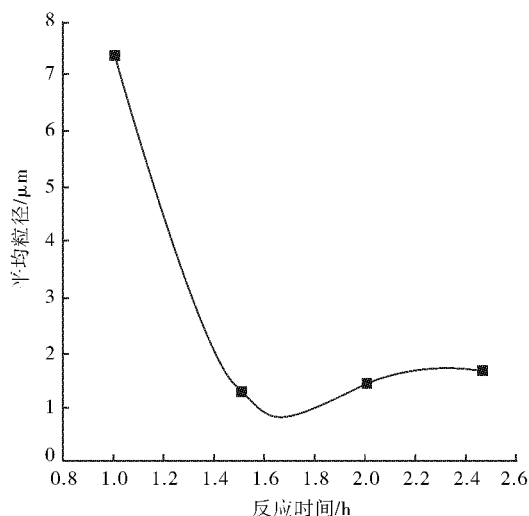


图 2 反应时间对合成氢氧化镁平均粒径的影响

Fig. 2 Effect of reaction time on average particle size of  $\text{Mg}(\text{OH})_2$

氢氧化镁的平均粒径呈现先急速降低然后略微增大的趋势. 从实验的周期性以及节约能量的角度考虑, 氢氧化镁合成的最佳反应时间为 1.5 h.

#### 2.1.3 氨水用量对氢氧化镁平均粒径的影响

图 3 为氨水用量对氢氧化镁平均粒径的影响. 由图可知, 随着氨水用量的增加, 氢氧化镁的平均粒径先减小后增大. 在氨水用量为 170 mL 时, 氢氧化镁的平均粒径最小, 为 1.15  $\mu\text{m}$ . 主要原因就是, 当氨水用量较少时, 此时溶液中的过饱和度比较小, 晶核形成的速率小于晶体成长的速率, 容易形成大颗粒. 而当氨水用量很大时, 虽然此时的过饱和度较大, 但是溶液中形成的氢氧化镁粉体容易团聚, 导致粒径变大.

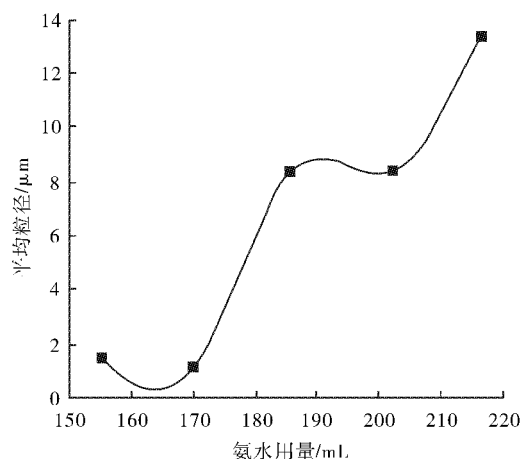


图 3 氨水用量对合成氢氧化镁平均粒径的影响

Fig. 3 Effect of ammonia water dosage on average particle size of  $\text{Mg}(\text{OH})_2$

#### 2.1.4 氨水滴加速度对氢氧化镁平均粒径的影响

图 4 为氨水滴加速度对氢氧化镁平均粒径的影响. 由图可知, 合成氢氧化镁的平均粒径随着氨水滴加速度的增加, 呈现先减小再增大的趋势.

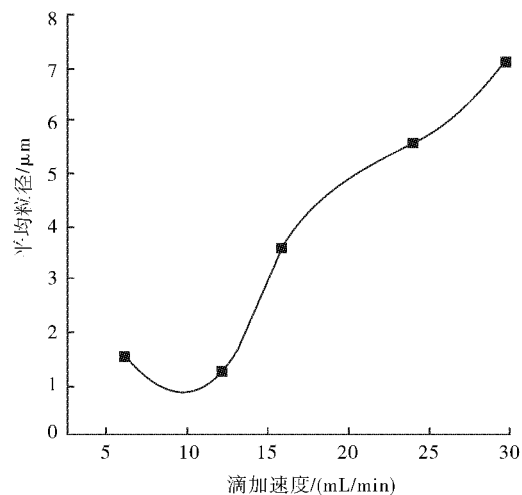


图 4 滴加速度对合成氢氧化镁平均粒径的影响

Fig. 4 Effect of drop acceleration on average particle size of  $\text{Mg}(\text{OH})_2$

在 12 mL/min 时平均粒径达到最小值,为 1.34  $\mu\text{m}$ . 主要原因就是,当氨水滴加速率较小时,溶液中过饱和度也很小,使得晶粒的成核速率也远小于生长速率,因此晶粒较大;随着加料速率的增大,成核速率逐渐接近长大速率,使得平均粒径减小;随着加料速率进一步增大,体系中形成了大量的细微晶粒,晶粒来不及生长就相互团聚,导致平均粒径又增大.

## 2.2 氢氧化镁的 XRD 分析

采用上述最佳实验条件制备出氢氧化镁,其 XRD 测试结果如图 5 所示. 由图 5 可见,图中各峰的位置与氢氧化镁标准卡片一致,属于六方晶系. 除了氢氧化镁的特征峰外,几乎没有其他特征峰,而且图中的 001 面和 101 面的峰很尖锐,说明氢氧化镁结晶性能很好.

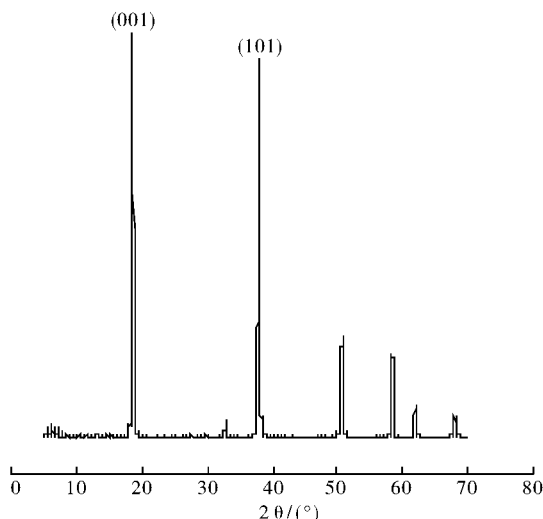


图 5 合成氢氧化镁的 XRD 图谱

Fig. 5 The XRD atlas of  $\text{Mg}(\text{OH})_2$

## 2.3 氢氧化镁的红外分析

图 6 是氢氧化镁粉末的红外光谱图. 由图可知 3 700  $\text{cm}^{-1}$  是氢氧化镁中  $-\text{OH}$  的伸缩振动峰,在 3 460  $\text{cm}^{-1}$  是氢氧化镁晶体表面吸附水分子的羟基伸缩振动峰. 在 1 640  $\text{cm}^{-1}$  和 1 410  $\text{cm}^{-1}$  是氢氧化镁晶体中的  $\text{Mg}-\text{OH}$  和  $-\text{OH}$  弯曲振动峰. 由此可得,进一步证明实验室制备的粉末状物质为氢氧化镁.

## 2.4 氢氧化镁的 TG 分析

图 7 是氢氧化镁的 TG 曲线. 从图中可以看出,氢氧化镁有两个明显的失重峰,第一次失重发生在温度大约为 200  $^{\circ}\text{C}$ ,这主要是氢氧化镁失去结晶水. 第二次失重在温度为 345  $^{\circ}\text{C}$  左右,对应的就是氢氧化镁开始分解生成氧化镁和水蒸气. 除了还有少量未完全干燥的水分,氢氧化镁的含量大约为 65.3%,其余为结晶水与少量杂质.

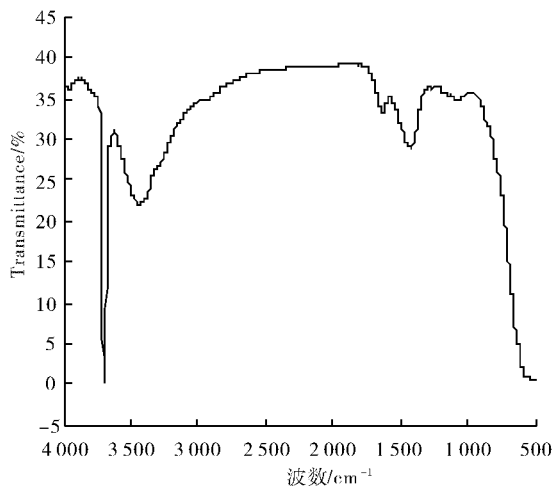


图 6 合成氢氧化镁的红外光谱图

Fig. 6 The infrared spectrogram of  $\text{Mg}(\text{OH})_2$

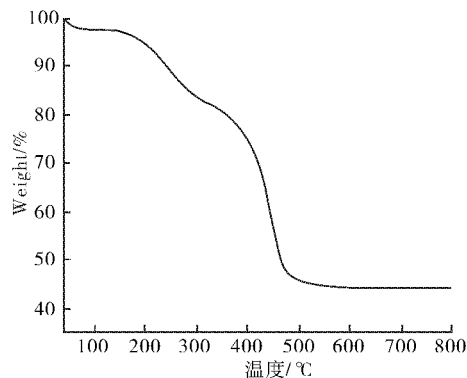


图 7 合成氢氧化镁的 TG 图谱

Fig. 7 The TG atlas of  $\text{Mg}(\text{OH})_2$

## 2.5 氢氧化镁的形貌分析

图 8 是氢氧化镁扫描电镜图片. 从图片中可以看出氢氧化镁的形貌大致为六方片状,且粒径约为 1  $\mu\text{m}$ ,属于超细氢氧化镁. 但是图 2~8 中的氢氧化镁由于没有加任何表面活性剂,从而导致氢氧化镁团聚比较严重.

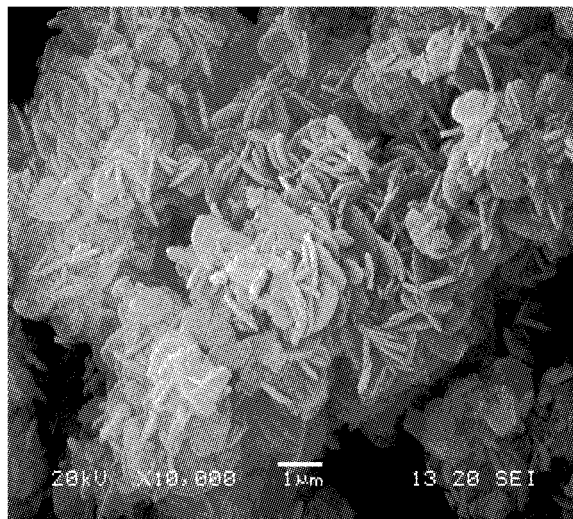


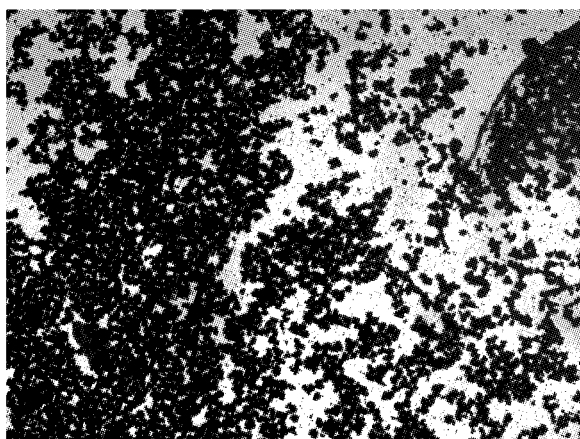
图 8 氢氧化镁的扫描电镜(SEM)照片

Fig. 8 The SEM image of  $\text{Mg}(\text{OH})_2$

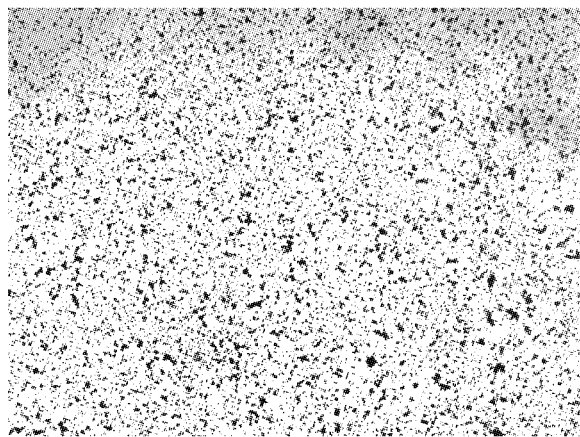
## 2.6 表面活性剂对氢氧化镁的影响

### 2.6.1 表面活性剂对氢氧化镁分散性的影响

图 9 为表面活性剂对氢氧化镁分散性能影响的偏光显微镜照片. 图 9a 为未改性的氢氧化镁照片, 氢氧化镁明显团聚在一起, 图 9b 为添加 SDBS 的氢氧化镁照片, 对比发现, 表面活性剂对氢氧化镁的分散性比较明显.



(a) 氢氧化镁的偏光显微镜照片



(b) SDBS 表面改性的偏光显微镜照片

图 9 SDBS 表面改性 POE 照片

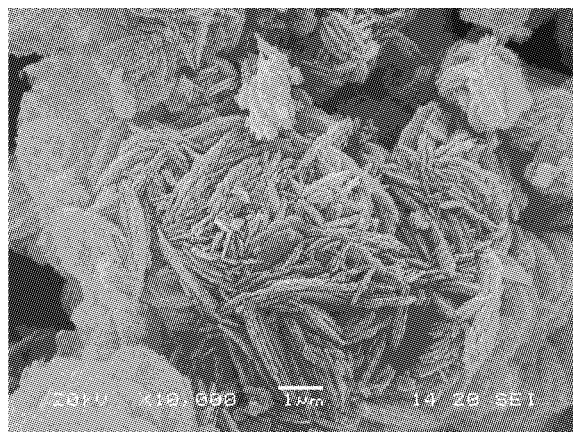
Fig. 9 SDBS surface modified POE photograph

### 2.6.2 表面活性剂对氢氧化镁形貌的影响

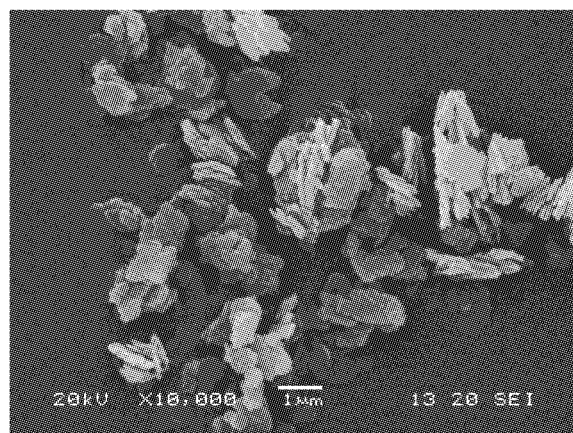
图 10 为表面活性剂对氢氧化镁形貌的影响. 由图 10a 可知, 未改性氢氧化镁形貌基本上是薄片状, 还含有少量的花瓣状氢氧化镁, 粒径分布不均匀, 并且容易团聚在一起, 分散性不好; 而图 10b 中, 当添加表面活性剂十二烷基苯磺酸钠后得到的氢氧化镁晶体形貌变得更加规整, 全部是粒径分布均匀的薄片状, 并且分散性也有明显的改善.

## 3 结 语

a. 采用轻烧镁粉和氨水为原料, 控制合适的工艺条件可以制备出超细片状氢氧化镁. 产物结晶性能好、极性较低、形貌较规整, 平均粒径大致



(a) 未改性



(b) 添加表面活性剂

图 10 不同条件下制备的氢氧化镁的 SEM 照片

Fig. 10 The SEM image of  $Mg(OH)_2$  on different conditions

为  $1 \mu m$ , 但容易团聚. 最佳合成工艺条件为反应温度  $40^\circ C$ 、反应时间 1.5 h、氨水加入量和滴加速度分别为 170 mL 和 12 mL/min.

b. 采用表面活性剂十二烷基苯磺酸钠能够有效改善氢氧化镁的分散性, 并且还能改善氢氧化镁形貌的规整性.

## 致谢

感谢中国地质大学材化学院的胡珊老师为本实验提供了充足的实验经费, 还感谢我实验室的同学们为本实验提供的热忱的帮助.

## 参考文献:

- [1] Martinal V, Labor M, Petric N, et al. Sedimentation of magnesium hydroxide in seawater and its effect on plant capacity[J]. Indian J Mar Sci, 1997, 26(4): 335-340.
- [2] 郭如新. 日本氢氧化镁生产现状及应用前景[J]. 盐湖盐与化工, 2001, 30(5): 24-27.
- [3] 郭如新. 美国氢氧化镁生产现状及应用前景[J]. 海

- 湖盐与化工,2000,29(3):35-38.
- [4] 金陵. 无极阻燃剂氢氧化镁发展潜力惊人[N]. 中国化工报,2001-10-10(3).
- [5] 张波,李丽娟. 花球状氢氧化镁制备过程中的颗粒形成机理研究[J]. 广州化工,2010,38(10):3-7.
- [6] Yi Ding, Guangtao Zhang, Hao Wu, et al. Nanoscale Magnesium Hydroxide and Magnesium Oxide Powder: Control over Size, Shape, and Structure via Hydrothermal Synthesis[J]. Chem mater, 2001,13(2):435-440.
- [7] Chenlin Yan, Dongfeng Xue, Longjiang Zou, et al. Preparation of magnesium hydroxide nanoflowers [J]. Journal of Crystal Growth, 2005, 282(3-4): 448-454.

## Preparation of superfine and sheet magnesium hydroxide from calcined magnesite

WANG Yan<sup>1</sup>, WANG Wei<sup>1</sup>, ZHANG Jun<sup>2</sup>, HU Shan<sup>2</sup>

(1. School of Material Science and Engineering, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430074, China;

2. Faculty of Materials Science and Chemical, China University of Geosciences, Wuhan 430074, China)

**Abstract:** The superfine and sheet magnesium hydroxide was prepared by direct precipitation method, using the calcined magnesite as magnesium source and ammonia as agent precipitation. The influence of magnesium hydroxide's average particle size with the relationship of different reaction conditions by particle size tester was studied. And then the best process conditions of the synthesis of magnesium hydroxide was got. The product was verified for magnesium hydroxide by X-ray diffraction, scanning electron microscope, thermo-gravimetric analysis and infrared spectromete. At last, the best synthesis condition was got. The influence of surfactant to magnesium hydroxide was researched. The results show that the experiment product is superfine and sheet magnesium hydroxide; the best synthetic process conditions are of 40 °C reaction temperature, reaction time of h 1.5, ammonia water dosage of 170 mL and adding speed of 12 mL/min; the anionic surfactant-SDBS can effectively improve the dispersion and morphology of magnesium hydroxide.

**Key words:** calcined magnesite; particle size; surfactant; morphology

本文编辑:龚晓宁