



The effects of heat treatment temperature on performance and structure of phosphorus slag–coal gangue glass-ceramics

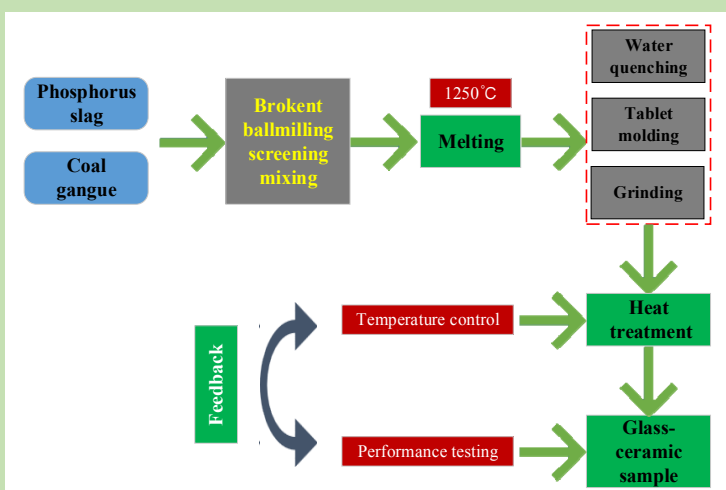
Wei CHEN, Yanmei GUAN*, Kaiwei LIU, Puhua HU, Daosheng SUN

Anhui Key Laboratory of Advanced Building Materials, School of Materials and Chemical Engineering, Anhui Jianzhu University, Hefei, Anhui 230022, China

Abstract: Phosphorus slag is an industrial waste produced in the production of yellow phosphorus by the electric furnace method. For each 1 t of yellow phosphorus produced, it is necessary to discharge 8~10 t of phosphorus slag. Coal gangue is a solid waste produced in the coal industry. It is discharged from 10% to 15% of annual coal production. It has accumulated more than 4.5 billion tons of storage, which is the largest solid waste in China. Since a large amount of unexploited solid waste occupied industrial and agricultural land, safety problems and environmental pressures are presented. The disposal of solid waste is an urgent task. Therefore, the effective use of the solid waste resources and turning waste into treasure have important practical significance. In recent years, the glass-ceramics based on solid waste has been widely used in building decoration field. However, the technology has not been widely used due to high cost and defects in the preparation process. In this work, the feasibility of preparing glass-ceramics by the combination of phosphorus slag and coal gangue was studied. The effects of heat treatment temperature on the crystalline phase composition, microstructure and properties of the glass-ceramics were also discussed via differential scanning calorimetry (DSC), X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). Powder base glass was obtained by melting phosphorus slag with coal gangue at 1250 °C for 2 h. The results indicated that the sintered glass-ceramics with pseudo wollastonite $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ as the main crystallization phase could be prepared after heat treatment at 850 °C for 2 h. The flexural strength, microscopic strength and bulk density of the sample were 74.4 MPa, 566.9 HV and 2.75 g/cm³, respectively. In addition, with the increase of heat treatment temperature, the main crystalline phase of the glass-ceramics changed from $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ to wollastonite (CaSiO_3), the morphology of the crystal developed from spherical to the needle-like and short column, which were beneficial for improving the flexural strength. Both the microscopic strength and bulk density increased first and then decreased with the increase of heat treatment temperature.

The disposal of solid waste is an urgent task. Therefore, the effective use of the solid waste resources and turning waste into treasure have important practical significance. In recent years, the glass-ceramics based on solid waste has been widely used in building decoration field. However, the technology has not been widely used due to high cost and defects in the preparation process. In this work, the feasibility of preparing glass-ceramics by the combination of phosphorus slag and coal gangue was studied. The effects of heat treatment temperature on the crystalline phase composition, microstructure and properties of the glass-ceramics were also discussed via differential scanning calorimetry (DSC), X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). Powder base glass was obtained by melting phosphorus slag with coal gangue at 1250 °C for 2 h. The results indicated that the sintered glass-ceramics with pseudo wollastonite $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ as the main crystallization phase could be prepared after heat treatment at 850 °C for 2 h. The flexural strength, microscopic strength and bulk density of the sample were 74.4 MPa, 566.9 HV and 2.75 g/cm³, respectively. In addition, with the increase of heat treatment temperature, the main crystalline phase of the glass-ceramics changed from $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ to wollastonite (CaSiO_3), the morphology of the crystal developed from spherical to the needle-like and short column, which were beneficial for improving the flexural strength. Both the microscopic strength and bulk density increased first and then decreased with the increase of heat treatment temperature.

Key words: phosphorus slag; coal gangue; glass-ceramics; heat treatment temperature



收稿: 2018-10-11, 修回: 2019-02-19, 网络发表: 2019-03-05, Received: 2018-10-11, Revised: 2019-02-19, Published online: 2019-03-05

基金项目: 安徽省教育厅高校自然科学和社会科学研究项目(编号: KJ2018JD16)

作者简介: 陈伟 (1989-), 男, 安徽省蒙城县人, 硕士研究生, 材料加工工程专业, Tel: 18255183039, E-mail: chenwei@163.com; 管艳梅, 通讯联系人, Tel: 15156883575, E-mail: 1134895705@qq.com.

引用格式: 陈伟, 管艳梅, 刘开伟, 等. 热处理温度对磷渣-煤矸石微晶玻璃结构和性能的影响. 过程工程学报, 2019, 19(2): 370-376.

Chen W, Guan Y M, Liu K W, et al. The effects of heat treatment temperature on performance and structure of phosphorus slag-coal gangue glass-ceramics (in Chinese). Chin. J. Process Eng., 2019, 19(2): 370-376, DOI: 10.12034/j.issn.1009-606X.218312.

热处理温度对磷渣-煤矸石微晶玻璃结构和性能的影响

陈伟，管艳梅*，刘开伟，胡普华，孙道胜

安徽建筑大学材料与化学工程学院，安徽省先进建筑材料重点实验室，安徽 合肥 230022

摘 要：以磷渣和煤矸石为原料，采用一步烧结法制备了性能优良的 $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2(\text{CAS})$ 系微晶玻璃，用差示扫描量热法(DSC)，X 射线衍射(XRD)和扫描电子显微镜(SEM)等对其进行分析和表征，研究了热处理温度对微晶玻璃晶相组成、微观结构和宏观性能的影响规律。结果表明，固废利用率达 100%，微晶玻璃性能良好；以磷渣和煤矸石为原料在 1250℃下熔融 2 h、于 850℃热处理保温 2 h 可制备主晶相为假硅灰石 $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ 的微晶玻璃，其抗折强度、显微硬度和体积密度分别为 74.4 MPa, 566.9 HV 和 2.75 g/cm³。随热处理温度升高，微晶玻璃主晶相由 $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ 相转变为硅灰石 CaSiO_3 相，晶体形态由球状向针状、短柱状改变，对提高微晶玻璃抗折性能有利，而显微硬度和体积密度均先增加后降低。

关键词：磷渣；煤矸石；微晶玻璃；热处理温度

中图分类号：TQ171 **文献标识码：**A **文章编号：**1009-606X(2019)02-0370-07

1 前言

随着我国工业化、城镇化进程不断加快，各种工业固废的排放量逐年增加，2016 年我国一般工业固体废弃物排放总量达 30.92 亿吨^[1]，引发一系列环境和生态问题。利用固体废弃物制备高附加值材料具有重要意义。大部分固体废弃物富含 CaO 、 SiO_2 和 Al_2O_3 等化学成分，是制备微晶玻璃的必要原料。微晶玻璃作为一种性能可设计的人工材料，广泛应用于电子、航天航空、建筑和医学等领域，其中作为建筑装饰材料是其主要的方面之一^[2-5]。

目前，国内外学者对利用工业固废制备微晶玻璃开展了大量研究，用多种固废复合制备微晶玻璃受到广泛关注。龚星晨等^[6]以废玻璃和高炉渣为主要原料，掺加部分纯试剂制备出性能良好的微晶玻璃，并研究了原材料组成及热处理对微晶玻璃结构和性能的影响。邓磊波等^[7]以白云鄂博二次选后尾矿和粉煤灰为主要原料，1450℃下采用熔融法制备出以辉石相为主晶相的微晶玻璃，研究了熔融保温时间对其结构和性能的影响。尚志标等^[8]以粉煤灰和自然冷却黄磷炉渣为主要原料，添加部分辅料制备出 $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2(\text{CAS})$ 系微晶玻璃，研究了不同晶核剂对微晶玻璃析晶的影响。殷琪等^[9]以钢渣为主要原料，在 1500℃下熔融、600℃下淬火并热

处理制备出主晶相为硅灰石 CaSiO_3 的微晶玻璃，原材料中钢渣掺入量小于 50%。目前研究^[10-12]中多采用固废添加辅料制备微晶玻璃，固废利用率一般小于 60%，部分研究^[13-16]基础玻璃熔融温度达 1300~1600℃，制备能耗大，且对微晶玻璃析晶和烧结与宏观性能的关系研究较少。

本研究结合磷渣和煤矸石成分互补的特点，利用无定型磷渣的助熔作用，为降低制备成本，不添加任何纯化学试剂，于较低熔融温度下采用烧结法制备具有优异性能的微晶玻璃，研究了热处理温度对微晶玻璃物相、微观结构和宏观性能的影响，为复合固废微晶玻璃的可调控制备提供经验和理论基础。

2 实验

2.1 材料与试剂

本实验所用磷渣来自川投化工集团公司，煤矸石取自两淮矿区，用 ARL-9900 型 X 射线荧光光谱仪(XRF，美国 Thermo Fisher Scientific 公司)分析两者主要化学成分，结果如表 1 所示。由表可知，煤矸石主要成分是 SiO_2 和 Al_2O_3 ，占 70%以上，属于高硅铝材料；磷渣主要成分为 SiO_2 和 CaO ，约占 80%，属于高硅钙材料，理论上两者复合可制备 CAS 系微晶玻璃。

表 1 原料的主要化学成分
Table 1 Main chemical component of raw materials

Raw material	Component/wt%										
	SiO_2	Fe_2O_3	Al_2O_3	CaO	MgO	K_2O	Na_2O	SO_3	P_2O_5	Loss	Others
Coal gangue	52.37	3.77	22.23	1.76	0.32	1.13	0.64	0.21	0	16.67	0.90
Phosphorus slag	35.95	0.99	2.42	44.50	2.87	0.58	0.22	0.46	3.23	0	8.78

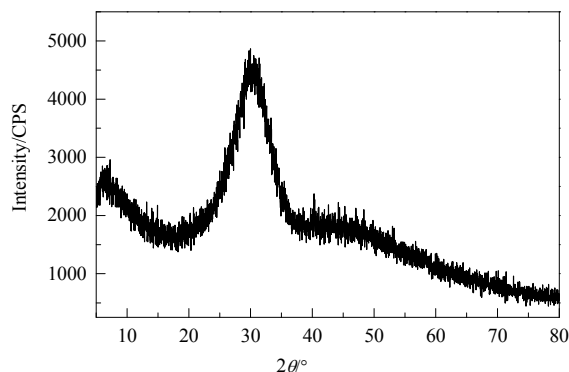


图 1 煤矸石的 XRD 谱
Fig.1 XRD pattern of coal gangue

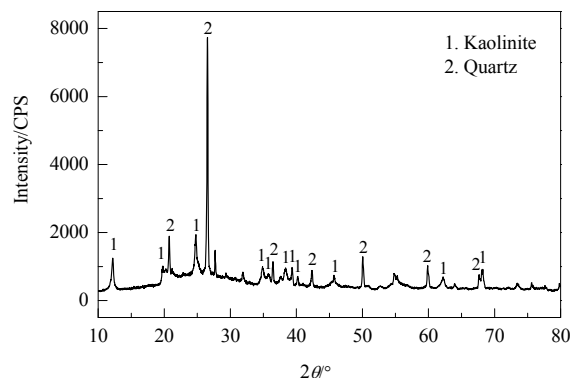


图 2 磷渣的 XRD 谱
Fig.2 XRD pattern of phosphorus slag

图 1, 2 分别为煤矸石和磷渣的 XRD 谱。由图可知, 磷渣无明显衍射峰, 其玻璃态有利于基础玻璃的熔制, 煤矸石主要矿物组成为石英和高岭石。本实验以 CAS 系相图中 CaSiO_3 形成区为目标区域, 分别选取磷渣与煤矸石质量比为 8:2, 6:4, 4:6, 2:8 进行试熔及热处理实验。实验发现磷渣和煤矸石配比为 8:2 时, 基础玻璃仅在 1250°C 下就能熔融澄清, 且析晶性能良好, 能析出假硅灰石 [$\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$] 晶体。考虑制备成本及微晶玻璃性能, 本实验选择磷渣和煤矸石质量比为 8:2 作为基础玻璃原料配比。

2.2 实验设备与分析仪器

用 HSC-4 型差示扫描量热仪(北京恒久实验设备有限公司)在不同升温速率下测试基础玻璃试样的 DSC 曲线, 用于热处理温度确定及析晶动力学计算, 升温速率设定为 5, 10, 15 和 $20^\circ\text{C}/\text{min}$ 。用 SX2-36-12 型电阻炉(洛阳纳维特炉业有限公司)热处理微晶玻璃。用 D8 Advance 型 X 射线衍射仪(XRD, 德国 Bruker 公司)分析不同热处理温度下所制微晶玻璃的物相。微晶玻璃新鲜断面酸浸 120 s 后喷金处理, 用 SU8220 型场发射扫描电子显微镜(SEM, 日本 Hitachi 公司)观察其形貌。

2.3 实验方法

将煤矸石和磷渣破碎, 分别过 160 目($96\ \mu\text{m}$)筛。根据设计配方准确称量实验所需原料, 用混料机混合 30 min 后倒入刚玉坩埚, 于高温升降炉中以 $15^\circ\text{C}/\text{min}$ 速率升温至 900°C , 再以 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 速率升温至 1250°C , 熔融保温 120 min, 迅速倒入 20°C 水中急冷水淬, 将得到的颗粒状基础玻璃烘干、粉碎、球磨, 过 200 目($75\ \mu\text{m}$)筛得基础玻璃粉末。取适量粉末加 15wt% 无水乙醇, 混合均匀后用手动粉末压片机以 8 MPa 压力压制成直径 15 mm 的圆柱体素坯, 待无水乙醇挥发后, 将素坯放入电阻炉中, 以 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 速率分别升温至 750, 800, 850, 900, 950 和 1000°C , 保温 120 min 后随炉冷却, 得微

晶玻璃样品。

采用三点弯曲法测定样品的抗折强度, 加载速度 $1\ \text{mm}/\text{min}$, 支点跨距 30 mm。采用压痕测试法分析显微硬度, 保压时间 15 s。样品的表观密度采用阿基米德排水法测定。

3 结果与讨论

3.1 基础玻璃 DSC 分析

图 3 为不同加热速率下基础玻璃的 DSC 曲线。由图可见, $700\sim 750^\circ\text{C}$ 间有一个缓坡, 为玻璃软化温度区间。玻璃软化转变与相变有明显区别, 因此出现微小的吸热谷, 玻璃软化温度在 DSC 曲线中表现为基线整体提升, 故形成缓坡。约 850°C 处有一个放热峰。晶体内能比玻璃低, 因此基础玻璃析晶会放出热量, 形成明显的放热峰, 对应的温度即为晶化温度。约 950°C 处的放热峰可能是晶体相发生晶型转变放热。结合 XRD 分析结果, 两个放热峰分别为 CaSiO_3 和 $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ 的析晶峰。

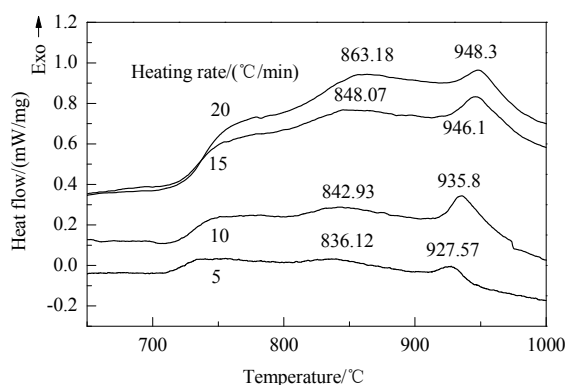


图 3 基础玻璃不同升温速率下的 DSC 曲线
Fig.3 DSC curves of parent glass at different heating rates

用 Johnson-Mehl-Avrami(JMA)修正方程^[17,18]计算非等温条件下微晶玻璃的析晶活化能 E_a 。图 4 为 $\ln(T_p^2/\alpha)$

与 T_p^{-1} 计算值的拟合关系, 斜率为 E_a/R , 截距为 $\ln(E/R\gamma)$, 带入析晶峰温度 T_p 、升温速率 α 和气体常数 R , 计算得第一析晶峰析晶活化能 $E_{a1}=269.35$ kJ/mol。可知, 本实验第一个析晶峰的析晶活化能较小, 容易析晶^[8,19]。根据 DSC 结果和前期析晶实验, 设定热处理温度 750, 800, 850, 900, 950 和 1000 °C 为实验测试点。

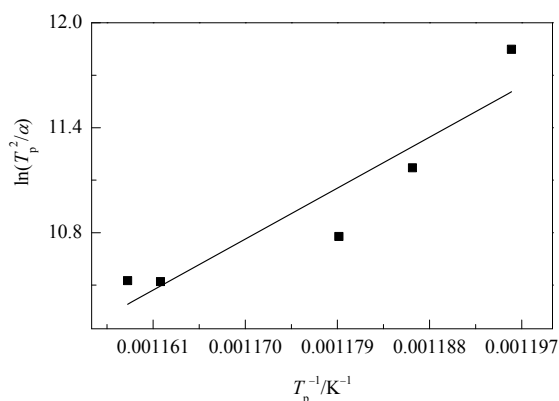


图4 $\ln(T_p^2/\alpha)$ 与 T_p^{-1} 关系图

Fig.4 Relationship of $\ln(T_p^2/\alpha)$ vs. T_p^{-1}

3.2 物相与形貌分析

图 5 为不同热处理温度下微晶玻璃的 X 射线衍射谱。由图可见, 750 °C 下体系中有 $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ 相析出, 800 °C 时出现 CaSiO_3 晶体的衍射峰, 随温度持续升高, 晶体衍射峰强度逐渐增强, 表明晶体的析出效率逐渐提高。温度高于 850 °C 后 $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ 衍射峰强度降低, CaSiO_3 衍射峰强度继续增强, CaSiO_3 转变为主晶相,

$\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ 成为副晶相。

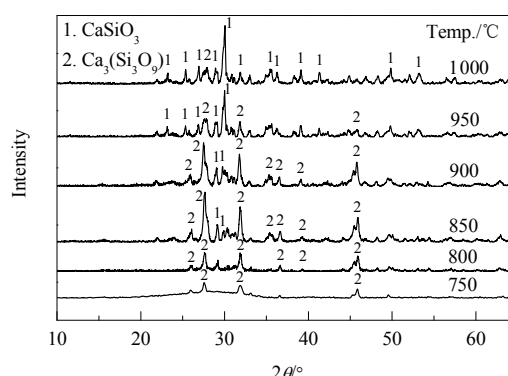


图5 不同热处理温度下微晶玻璃的 XRD 谱

Fig.5 XRD patterns of glass-ceramics at different heat treatment temperatures

图 6(a)是为不同热处理温度下微晶玻璃中 CaSiO_3 和 $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ 的析晶度, 由图发现, 随热处理温度升高 CaSiO_3 晶相含量逐渐增加, $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ 晶相含量先增加后减小。图 6(b)是利用 Jade 软件拟合计算得出的微晶玻璃析晶度随热处理温度的变化, 从图可知, 随热处理温度升高微晶玻璃析晶度逐渐增加, 当温度升至 850 °C 时, 析晶度最高。以上分析表明, 在本研究设定的温度区间内, 低温区有利于 $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ 晶相析出, 高温区有利于 CaSiO_3 晶相析出, 基础玻璃可在较宽的热处理温度范围内析出晶体。

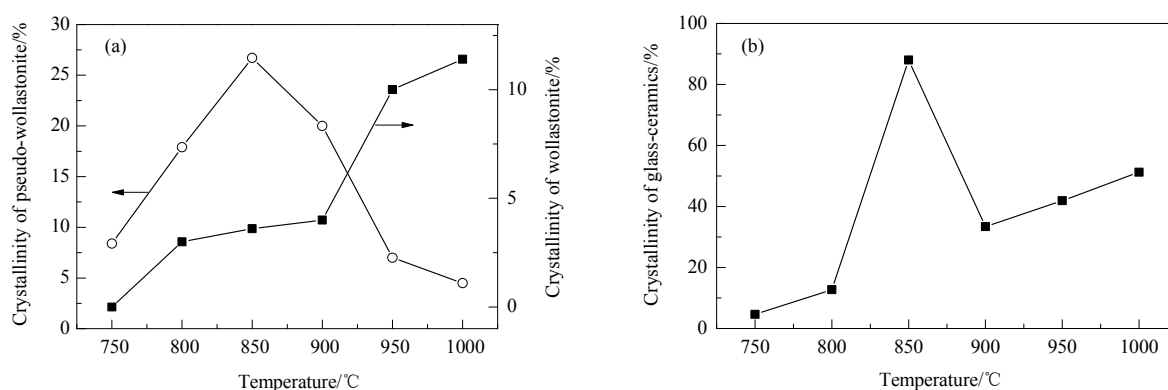


图6 不同热处理温度下 CaSiO_3 , $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ 和微晶玻璃的析晶度

Fig.6 Crystallinities of wollastonite, pseudo-wollastonite and glass-ceramics at different heat treatment temperatures

图 7 为不同热处理温度下所制微晶玻璃的 SEM 照片。由图可以看出, 750 和 800 °C 下所制的微晶玻璃中晶体呈球形, 晶粒相互粘连有进一步生长的趋势。随热处理温度升高, 基体粘度逐渐降低, 传质速率加快, 微晶玻璃中晶体逐渐发育完善^[20], 出现针状晶体, 且分布

趋于均匀。950 °C 下针状晶体消失, 出现短柱状晶体, 发生了晶型转变, 与物相分析结果一致。热处理温度在 1000 °C 时短柱状晶体进一步长大, 且晶体间相互搭接镶嵌于玻璃相中。同时, 热处理温度也影响样品中晶相与玻璃相的分布。温度较低时, 玻璃相较多, 细小的晶粒

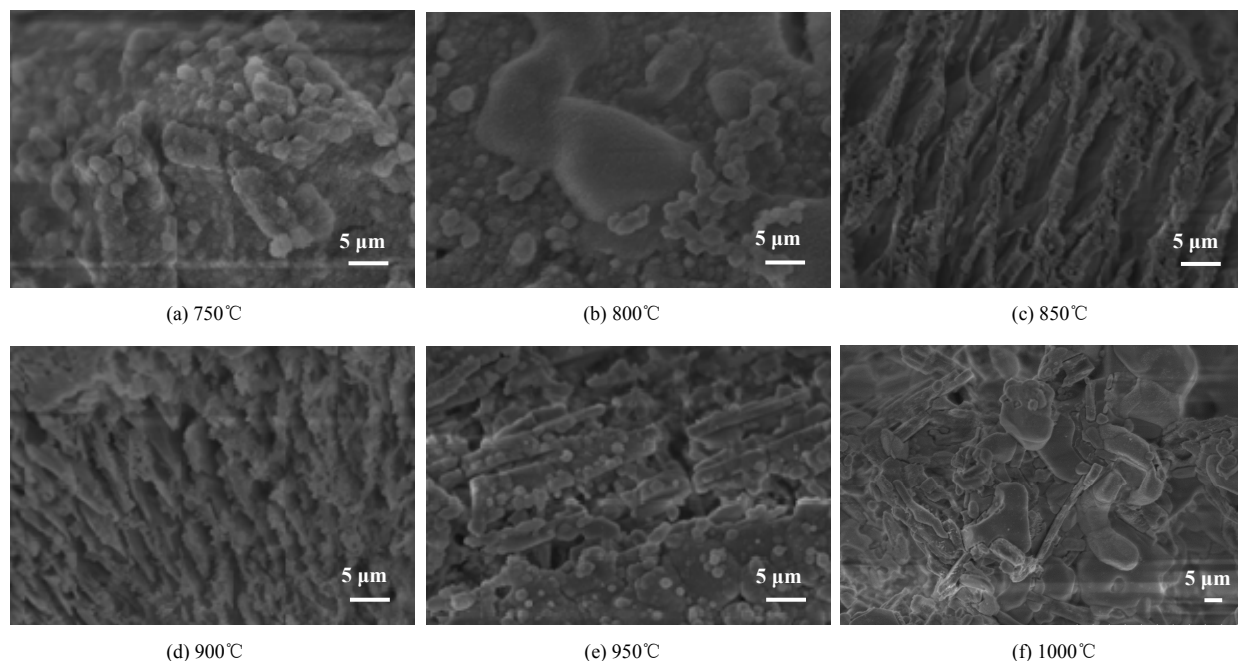


图 7 不同热处理温度下微晶玻璃的 SEM 照片

Fig.7 SEM images of glass-ceramics at different heat treatment temperatures

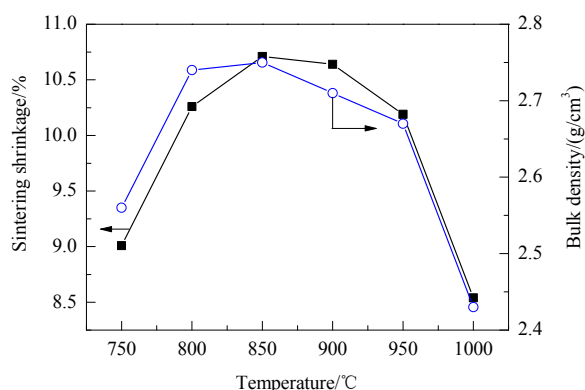


图 8 不同热处理温度下微晶玻璃的烧结收缩率和体积密度
Fig.8 Sintering shrinkage and bulk density of glass-ceramics at different heat treatment temperatures

分布在连续玻璃相中；随温度升高，晶相发育成连续的网络骨架状，使微晶玻璃具有较好的韧性和强度。

3.3 宏观性能

3.3.1 烧结性能

图 8 为微晶玻璃样品的烧结收缩率和体积密度。由图可见，二者随热处理温度变化的趋势基本相同。温度由 750 °C 升至 850 °C，为液相烧结，受液相表面张力推动，颗粒间产生毛细管压力，引起颗粒迁移、重新分布，液相填充颗粒间隙的速率加快，样品孔隙率降低，微晶玻璃的线收缩率和体积密度增大。850 °C 热处理所得样品烧结收缩率和体积密度均最大，分别为 10.71% 和 2.75 g/cm³。继续升高温度，析出大量 CaSiO₃ 晶体形成连续

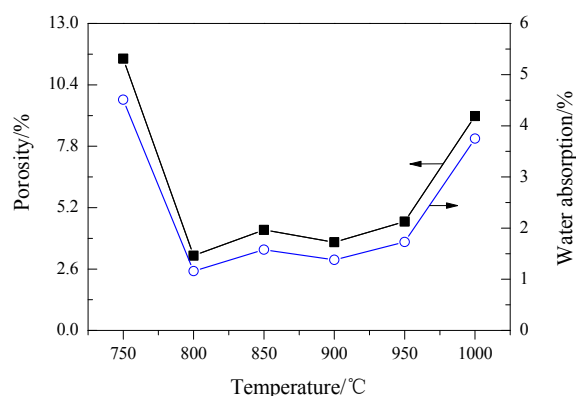


图 9 不同热处理温度下微晶玻璃的吸水率和孔隙率
Fig.9 Water absorption and porosity of glass-ceramics at different heat treatment temperatures

的骨架网络，使玻璃相粘度增大，阻碍颗粒进一步重新排列，不利于气体逸出，导致样品烧结收缩率和体积密度下降，表明析晶对烧结产生不利影响。本研究中微晶玻璃起始烧结温度为 750 °C，超过 1000 °C 时微晶玻璃开始软化，烧结温度范围较宽，利于工业化生产。

图 9 为微晶玻璃样品的吸水率和孔隙率，由图可知，二者随热处理温度变化的趋势相同，且与体积密度的变化趋势相反。800~950 °C 间微晶玻璃吸水率低于 1.75%，温度达 1000 °C 时接近玻璃软化温度，微晶玻璃试样表面产生明显气孔，样品的孔隙率和吸水率增加。

3.3.2 力学性能

图 10 为微晶玻璃样品的抗折强度，结合图 7 可见，

在 750~850℃范围内,随热处理温度升高,晶体数增加,晶体长大并趋于均匀,抗折强度也逐渐增强。900℃时大量针状晶体析出且均匀穿插于玻璃基体中[图 7(d)],抗折性能较好。升温至 950℃时,样品的主晶相发生晶型转变,阻碍样品烧结,试样致密性降低,抗折强度下降。继续升温至 1000℃,虽然样品致密性降低,但球状晶体、短柱状晶体及玻璃相相互镶嵌形成网络状结构,对提高试样韧性有利。

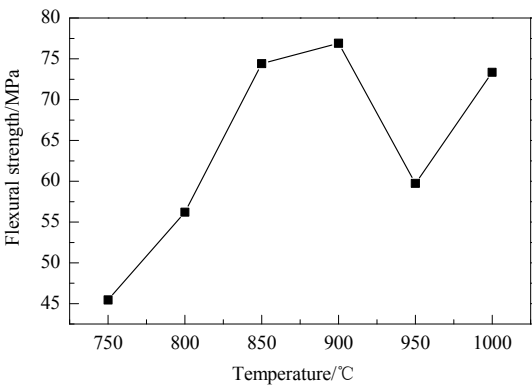


图 10 不同热处理温度下微晶玻璃的抗折强度
Fig.10 Flexural strength of glass-ceramics at different heat treatment temperatures

图 11 为微晶玻璃样品的显微硬度。由图可见,显微硬度随温度升高先增大后减小,变化趋势与烧结性能基本相同。随热处理温度升高,晶相不断析出,玻璃相

作为基质相将微晶相粘结在一起形成致密结构,显微硬度增大。当温度升至 850℃时,样品中 $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ 为主晶相,析晶度达最大(图 6), $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ 晶体具有很高的硬度,所以微晶玻璃样品硬度也会提高。温度达 1000℃时晶体快速析出,晶体的尺寸变大咬合紧密[图 7(f)],阻碍玻璃相质点迁移,使晶相间的空隙无法被填充,导致微晶玻璃硬度下降。

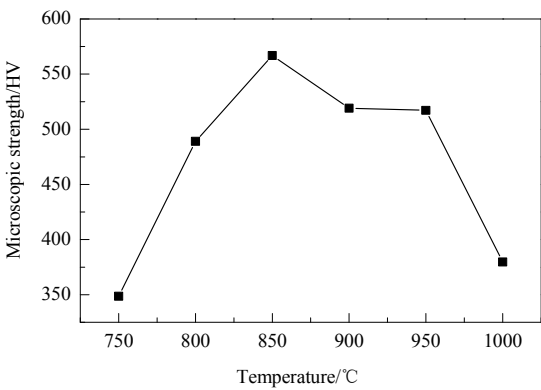


图 11 不同热处理温度下微晶玻璃的显微强度
Fig.11 Microscopic strength of glass-ceramics at different heat treatment temperatures

表 2 为所制微晶玻璃与天然石材大理石和花岗石的性能比较,可见利用磷渣和煤矸石复合制备的微晶玻璃性能良好,可满足建筑装饰材料的要求。

表 2 微晶玻璃与天然石材性能比较

Table 2 Comparison of properties of glass-ceramic with natural stone

Material	Bulk density/(g/cm ³)	Flexural strength/MPa	Microscopic strength/HV
The sintered glass-ceramics	2.43~2.75	45.5~76.9	348.6~566.9
Marble	≥2.3	≥7.0	157~535
Granite	≥2.56	≥8.0	669

4 结 论

以磷渣和煤矸石为原料,利用两者成分互补的优势,低能耗制备微晶玻璃,研究了热处理温度对微晶玻璃微观结构及宏观性能的影响,得如下结论:

- (1) 以 80wt%磷渣和 20wt%煤矸石为原料,1250℃下熔融,850℃下热处理,制备的微晶玻璃性能较优。通过改变热处理温度调控微晶玻璃的烧结和结晶过程,可得不同性能的微晶玻璃。
- (2) 随热处理温度升高,微晶玻璃的主晶相由假硅灰石转变为硅灰石,晶体形态由球形向针状、短柱状转变,分布趋于均匀。镶嵌于玻璃相中相互搭接的短柱状晶体对试样抗折有利。
- (3) 微晶玻璃的体积密度随热处理温度升高先增加

后降低,吸水率则先降低后升高,显微硬度变化趋势与体积密度基本一致。

参考文献

[1] 中华人民共和国国家统计局. 中国统计年鉴 [M]. 北京: 中国统计出版社, 2017: 241.
National Bureau of Statistics of China. China statistical yearbook [M]. Beijing: China Statistics Press, 2017: 241.

[2] 方一航, 王焕平, 李志刚, 等. Bi_2O_3 助熔剂对 $\text{CaO-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 玻璃-陶瓷复合材料性能的影响 [J]. 复合材料学报, 2014, 31(6): 1509-1515.
Fang Y H, Wang H P, Li Z G, et al. Effect of Bi_2O_3 flux on properties of $\text{CaO-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ glass-ceramic composites [J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2014, 31(6): 1509-1515.

[3] Saadaldin S A, Rizkalla A S. Synthesis and characterization of wollastonite glass-ceramics for dental implant applications [J]. Dental Materials, 2014, 30(3): 364-371.

[4] 游世海, 郑化安, 付东升, 等. 粉煤灰制备微晶玻璃研究进展 [J].

- 硅酸盐通报, 2014, 33(11): 2902–2907.
- You S H, Zheng H A, Fu D S, et al. Research progress in the preparation of glass-ceramics from fly ash [J]. Bulletin of Silicate, 2014, 33(11): 2902–2907.
- [5] 白杨. 高透性齿科二硅酸锂微晶玻璃的设计与开发 [D]. 北京: 中国科学院大学, 2017: 1–2.
- Bai Y. Design and development of high permeability dental lithium disilicate glass-ceramics [D]. Beijing: University of Chinese Academy of Sciences, 2017: 1–2.
- [6] 龚星晨, 陈其伟, 国宏伟, 等. 以高炉渣与废玻璃制备烧结微晶玻璃 [J]. 金属世界, 2018, (3): 13–17.
- Gong X C, Chen Q W, Guo H W, et al. Preparation of sintered glass-ceramics from blast furnace slag and waste glass [J]. Metal World, 2018, (3): 13–17.
- [7] 邓磊波, 张雪峰, 张明星, 等. 熔制保温时间对 CAMS 系矿渣微晶玻璃结构与性能的影响 [J]. 材料导报, 2017, 31(18): 125–130.
- Deng L B, Zhang X F, Zhang M X, et al. Effect of melting insulation time on structure and properties of CAMS slag glass-ceramics [J]. Material Review, 2017, 31(18): 125–130.
- [8] 尚志标, 黄小凤, 马丽萍, 等. 粉煤灰和自然冷却黄磷炉渣协同制备微晶玻璃 [J]. 硅酸盐通报, 2017, 36(2): 533–538.
- Shang Z B, Huang X F, Ma L P, et al. Synergistic preparation of glass-ceramics from fly ash and naturally cooled yellow phosphorus furnace slag [J]. Bulletin of Silicate, 2017, 36(2): 533–538.
- [9] 殷琪, 杨军, 陈昌锋, 等. 钢渣微晶玻璃材料的制备与性能表征 [J]. 铸造技术, 2017, 38(1): 54–59.
- Yin Q, Yang J, Chen C F, et al. Preparation and characterization of steel slag glass-ceramic materials [J]. Foundry Technology, 2017, 38(1): 54–59.
- [10] 胡兰, 何峰, 张文涛, 等. 烧结法制备高炉渣 CMAS 系统微晶玻璃的研究 [J]. 人工晶体学报, 2017, 46(7): 1267–1273.
- Hu L, He F, Zhang W T, et al. Preparation of glass-ceramics for blast furnace slag CMAS system by sintering method [J]. Journal of Synthetic Crystals, 2017, 46(7): 1267–1273.
- [11] 戚昊, 何峰, 严芳玲, 等. 利用钼尾矿制备微晶泡沫玻璃 [J]. 陶瓷学报, 2017, 38(1): 76–81.
- Qi H, He F, Yan F L, et al. Preparation of microcrystalline foam glass using molybdenum tailings [J]. Journal of Ceramics, 2017, 38(1): 76–81.
- [12] 廖力. 利用铜矿尾矿制备微晶玻璃试验研究 [J]. 矿产综合利用, 2017, (6): 82–85.
- Liao L. Experimental study on preparation of glass-ceramics from copper mine tailings [J]. Mineral Resources Utilization, 2017, (6): 82–85.
- [13] 闫鑫坤, 黄永前, 万里佳. Al_2O_3 对 $\text{R}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{SiO}_2-\text{F}$ 系废渣微晶玻璃析晶与性能的影响 [J]. 玻璃, 2018, 45(3): 1–5.
- Yan X K, Huang Y Q, Wan L J. Influence of Al_2O_3 on the crystallization and properties of $\text{R}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{SiO}_2-\text{F}$ system glass-ceramics made from residual [J]. Glass, 2018, 45(3): 1–5.
- [14] 杨淑敏, 张伟, 戴晔. 利用新疆高炉渣制备微晶玻璃的研究 [J]. 硅酸盐通报, 2014, 33(1): 48–53.
- Yang S M, Zhang W, Dai Y. Study on preparation of glass-ceramics from Xinjiang blast furnace slag [J]. Bulletin of Silicate, 2014, 33(1): 48–53.
- [15] 杨芑, 黄永前, 孙慧, 等. 晶化温度对 $\text{R}_2\text{O}-\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系微晶玻璃析晶和力学性能的影响 [J]. 硅酸盐通报, 2015, 34(4): 985–988.
- Yang P, Huang Y Q, Sun H, et al. Effect of crystallization temperature on the crystallization and mechanical properties of $\text{R}_2\text{O}-\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ system glass-ceramics [J]. Bulletin of The Chinese Ceramic Society, 2015, 34(4): 985–988.
- [16] 罗智宏, 何峰, 张文涛, 等. 熔融法转炉钢渣微晶玻璃的结构与性能研究 [J]. 人工晶体学报, 2018, 47(3): 514–521.
- Luo Z H, He F, Zhang W T, et al. Study on the structure and properties of glass slag glass-ceramics in melting process converter [J]. Journal of Synthetic Crystals, 2018, 47(3): 514–521.
- [17] Avrami M. Kinetics of phase change: I. general theory [J]. The Journal of Chemical Physics, 1939, 7(12): 1103–1112.
- [18] Johnson W A. Reaction kinetics in process of nucleation and growth [J]. Transaction of Aime, 1939, 135(8): 396–415.
- [19] 姚树玉, 姚玉随, 韩野, 等. $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系粉煤灰微晶玻璃的析晶动力学及电子探针分析 [J]. 硅酸盐学报, 2012, 40(1): 170–174.
- Yao S Y, Yao Y S, Han Y, et al. Crystallization kinetics and electron probe analysis of $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ fly ash glass-ceramics [J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2012, 40(1): 170–174.
- [20] 李保庆, 郭艳平, 党海峰, 等. 晶化温度对钨尾矿微晶玻璃析晶性能的影响 [J]. 中国陶瓷, 2017, 53(11): 63–68.
- Li B Q, Guo Y P, Dang H F, et al. Effect of crystallization temperature on crystallization properties of tungsten tailings glass-ceramics [J]. China Ceramics, 2017, 53(11): 63–68.