第 49 卷第 12 期　　硅　酸　盐　学　报　　Vol. 49，No. 12
2021 年 12 月　　JOURNAL OF THE CHINESE CERAMIC SOCIETY　　December，2021
http://www.gxyb.cbpt.cnki.net　　**DOI**：10.14062/j.issn.0454-5648.20210532

微乳液模板法制备多孔莫来石轻质材料及其性能

殷加强[1,2]，宋承豪[2]，季　鹏[2]，王云龙[2]，张　毅[2]，丁　祥[1]，冉松林[1]，邓先功[1,2]，张海军[3]

(1. 冶金工程与资源综合利用安徽省重点实验室(安徽工业大学)，安徽　马鞍山　243032；
2. 安徽工业大学材料科学与工程学院　先进金属材料绿色制备与表面技术教育部重点实验室，安徽　马鞍山　243002；
3. 武汉科技大学省部共建耐火材料与冶金国家重点实验室，武汉　430081)

摘　要：以粉煤灰和煅烧铝矾土为原料、Isobam 104 为分散剂、羧甲基纤维素钠(CMC)为悬浮剂、聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯(Tween 80)为表面活性剂、异辛烷为油相、乙二醇缩水甘油醚为黏结剂、四乙烯五胺为固化剂，采用微乳液模板法结合反应烧结制备了多孔莫来石轻质材料。研究了粉煤灰的用量和 Tween 80 的用量等对多孔莫来石轻质材料物相组成、线收缩率、体积密度、气孔率、显微结构和常温力学性能等的影响。结果表明：粉煤灰的用量为 55%(质量分数)时，随着表面活性剂 Tween 80 与水体积比从 2:100 增至 5:100 时，所制备试样的线收缩率、体积密度和机械强度逐渐减小，而气孔率逐渐增大。当 Tween 80 与水体积比为 5:100 时，所制备气孔率为 65.5%(体积分数)、球形孔径约为 162 μm 的多孔莫来石轻质材料的抗压强度和抗折强度分别达 42.5 MPa 和 26.0 MPa，其线收缩率仅为 14.5%。

关键词：多孔莫来石轻质材料；微乳液模板法；粉煤灰；反应烧结
中图分类号：Q174　　**文献标志码**：A　　**文章编号**：0454–5648(2021)12–2581–08
网络出版时间：2021–10–29



Preparation and Performance of Porous Mullite Lightweight Materials by Microemulsion Template Method

YIN Jiaqiang[1,2], *SONG Chenghao*[1,2], *JI Peng*[2], *WANG Yunlong*[2], *Zhang Yi*[2], *DING Xiang*[1], *RAN Songlin*[1], *DENG Xiangong*[2], *ZHANG Haijun*[3]

(1. Anhui Province Key Laboratory of Metallurgical Engineering & Resources Recycling (Anhui University of Technology), Ma′anshan 243032, Anhui, China;
2. School of Materials Science and Engineering, Key Laboratory of Green Fabrication and Surface Technology of Advanced Metal Materials, Ministry of Education, Anhui University of Technology, Ma′anshan 243002, China;
3. The State Key Laboratory of Refractories and Metallurgy, Wuhan University of Science and Technology, Wuhan 430081, China)

Abstract: Porous mullite lightweight materials were prepared by a microemulsion template method and subsequent sintering with fly ash and calcined bauxite as raw materials, Isobam 104 as a dispersant, carboxymethyl cellulose as a suspending agent, polyoxyethylene sorbitan monooleate (Tween 80) as a surfactant, isooctane as an oil phase, ethylene glycol glycidyl ether as a binder and tetraethylenepentamine as a curing agent. The influences of fly ash content and Tween 80 content on the phase composition, linear shrinkage, bulk density, porosity, microstructure and mechanical properties of porous mullite lightweight materials were investigated. The results show that the linear shrinkage rate, bulk density and mechanical strength of porous materials prepared with 55% fly ash decrease, but the porosity increases as the volume ratio of Tween 80 to water increases from 2:100 to 5:100. When the volume ratio of Tween 80 to water is 5:100, the compressive strength and flexural strength of porous mullite lightweight materials with a porosity of 65.5%, a spherical pore diameter of 162 μm, and a linear shrinkage rate of only 14.5% can reach 42.5 MPa and 26.0 MPa, respectively.

Keywords: porous mullite lightweight materials; microemulsion template method; fly ash; reaction sintering

收稿日期：2021–07–01。　修订日期：2021–07–12。
基金项目：安徽省自然科学基金(1908085ME117)；国家自然科学基金(U1860102)；安徽省高校协同创新项目(GXXT-2019-015)；冶金工程与资源综合利用安徽省重点实验室开放基金(SKF20-02)；安徽省大学生创新创业训练计划(S202110360191)。
第一作者：殷加强(1994—)，男，硕士研究生。
通信作者：邓先功(1980—)，男，博士，讲师。

Received date: 2021–07–01.　**Revised date:** 2021–07–12.
First author: YIN Jiaqiang (1994–), male, Master candidate.
E-mail: 965271340@qq.com
Correspondent author: DENG Xiangong (1980–), male, Ph.D., lecturer.
E-mail: dengxg@ahut.edu.cn

多孔莫来石轻质材料因具有高气孔率、低热导率、抗热震性好和化学稳定性好等优点[1–2]，使其在气体/液体过滤、净化分离、催化载体、吸声减震、高级保温材料、生物医用植入材料和传感器材料等方面得到了广泛地应用[3–8]。

多孔轻质材料的制备工艺主要有发泡–注凝法[9–11]、有机泡沫浸渍法[12–13]、溶胶–凝胶法[14]、添加造孔剂法[15–16]和微乳液模板法[17–19]等。在众多制备方法中，随着微乳液制备技术的成熟，微乳液模板法逐渐用来制备气孔尺寸小、孔径分布窄的高性能多孔轻质材料。如 Lee 等[17]以莫来石粉为原料、十六烷基三甲基氯化铵为表面活性剂、石蜡为油相，采用微乳液模板法制备了气孔率为 65%~79%、孔径为 400~500 μm 的多孔莫来石轻质材料。Yu 等[18]以 Si_3N_4 粉为原料、聚丙烯酸为分散剂、分别以聚氧乙烯醚(TritonX-114)和没食子酸丙酯为表面活性剂，采用微乳液模板法制备了体积密度为 1.95 g/cm^3、平均孔径为 10 μm、抗弯强度为 106 MPa 的多孔 Si_3N_4 轻质材料。Ge 等[19]以 SiC 为原料，采用微乳液模板法制备了气孔率为 63.6%~80.2%、平均孔径为 11~26 μm、抗压强度为 1.7~14.7 MPa 的 SiC 多孔轻质材料。虽然上述研究都得到了较好结果，但所用的原料多为烧结型粉体，在多孔轻质材料烧结过程中收缩率大，且在产品内部易形成微裂纹，从而降低产品的强度。因此，很难制备出既含有高气孔率，又具有高强度的多孔莫来石轻质材料。

反应烧结法具有工艺简单、收缩率小、强度高等优点，被广泛地应用于制备多孔莫来石轻质材料。如 Wang 等[20]以高岭土和绢云母粉为原料，采用微乳液模板法结合反应烧结制备了气孔率为 87%，抗弯强度高达 12.5 MPa 的多孔莫来石轻质材料。Zhu 等[21]利用铝矾土和高岭土粉末为原料，通过原位合成法制备了气孔率为 31.6%、抗弯强度为 100.2 MPa 的多孔莫来石轻质材料。Ma 等[22]以粉煤灰为原料，采用反应烧结法制备了闭气孔率为 14.8%~18.6%，抗压强度为 217.2~236.7 MPa 的莫来石轻质材料。

粉煤灰的主要成分为 SiO_2 和 Al_2O_3，其大量堆积不仅会占用土地资源、对环境带来污染及危害，而且也浪费资源。若以廉价的粉煤灰为主要原料，通过微乳液模板法结合反应烧结工艺制备多孔莫来石轻质材料，不仅能降低多孔轻质材料的成本，而且也有利于粉煤灰的资源化再利用，能更好地解决粉煤灰对环境的污染问题。

本工作以粉煤灰和煅烧铝矾土为原料、Tween 80 为表面活性剂、异辛烷为油相，采用微乳液模板法结合反应烧结制备了多孔莫来石轻质材料。研究了不同粉煤灰的用量、Tween 80 的用量等对多孔莫来石轻质材料物相组成、线收缩率、体积密度、气孔率、显微结构和常温力学性能等的影响。

1 实验

1.1 原料

粉煤灰(工业一级，马鞍山第二发电厂)，煅烧铝矾土(工业级，中国郑州耀新耐火材料有限公司)，Isobam 104(工业级，日本可乐丽有限公司)，羧甲基纤维素钠(分析纯，中黏度，山东光大科技发展有限公司)，Tween 80(分析纯，国药集团化学试剂有限责任公司)，异辛烷(分析纯，国药集团化学试剂有限责任公司)，乙二醇缩水甘油醚(工业级，上海如发化工科技有限公司)，四乙烯五胺(分析纯，国药集团化学试剂有限责任公司)。粉煤灰和煅烧铝矾土的主要化学组成及其含量如表 1 所示，XRD 谱如图 1 所示。由表 1 可知，粉煤灰主要成分为 SiO_2 和 Al_2O_3，煅烧铝矾土的主要成分为 Al_2O_3。由图 1 可以看出，粉煤灰主要由莫来石相和石英相(Quartz)组成，煅烧铝矾土主要由刚玉相(α-Al_2O_3)和莫来石相组成。

表 1 粉煤灰和煅烧铝矾土的主要成分及含量

Table 1 Main components and content of fly ash and calcined bauxite *w*/%

Materials	Al_2O_3	SiO_2	CaO	Fe_2O_3	K_2O	TiO_2	MgO	Na_2O	Others
Fly ash	31.39	54.75	3.87	3.26	2.20	1.16	1.09	1.00	0.78
Calcined bauxite	80.61	10.74	0.28	1.48	0.15	4.83	0.64	0.17	1.10

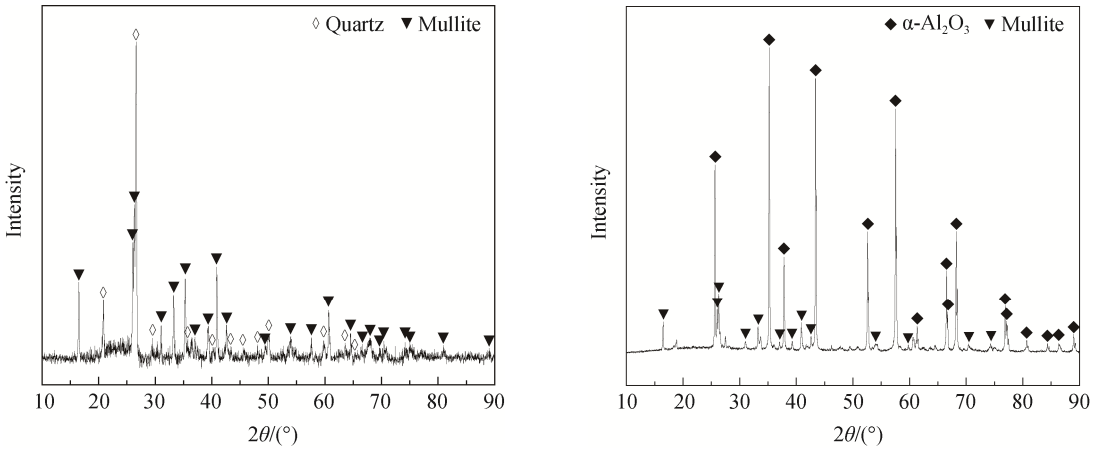
w—Mass fraction.

1.2 样品制备

按刚玉球:粉:水的质量比为 4:2:1，称取一定量的刚玉球、混合粉体(粉煤灰和煅烧铝矾土按设定比例)和去离子水放入球磨罐中，在行星式球磨机上以 240 r/min 球磨 4 h，并将得到的浆料放于 120 ℃的鼓风干燥箱烘至恒定质量，得到混合粉体。

按 Tween 80、去离子水与异辛烷体积比为(2~5):100:130，将 Tween 80 和异辛烷加入含有 0.4%(质量分数)Isobam 104 和 0.2%(质量分数)羧甲基纤维素钠(均相对于粉料的质量)的去离子水中，快速搅拌 15 min，制得均匀的微乳液；然后控制混合粉体的固含量为 45%(质量分数)，向微乳液中加入一定量的混合粉体，快速搅拌制得均匀的微乳液浆料；再

向浆料中加入 1.5%(体积分数)的黏结剂乙二醇缩水甘油醚和 0.5%(体积分数)的固化剂四乙烯五胺(均相对于浆料体积)，搅拌 10 min 后，注入塑料模具中成型，置于室温下 24 h，脱模，坯体依次在自然环境中干燥 72 h，40~110 ℃的烘箱中干燥至恒定质量；最后将干燥后的坯体置于空气气氛的箱式炉中，以 2 ℃/min 的速率升至 1 300~1 600 ℃并保温 2 h，随炉冷却至室温即得多孔莫来石轻质材料。



(a) Fly ash　　(b) Calcined bauxite

图 1　原料的 XRD 谱

Fig. 1　XRD patterns of raw materials

1.3　样品表征

采用 Bruker D8 Advance 型 X-射线衍射仪测试样品的物相组成。试样的平均线收缩率(每个试样至少测量 5 个不同位置的长度，最后求 5 个数的平均值)根据所用模具尺寸和试样烧结后的尺寸计算得出。多孔轻质材料的体积密度根据试样烧结后的质量与体积之比直接计算得出。多孔轻质材料的气孔率采用 Archimedes 法进行测量。采用 NanoSEM430 型扫描电子显微镜(SEM)观察多孔轻质材料试样的显微结构，并基于 SEM 照片统计测量不少于 150 个球形大气孔的孔径尺寸，计算出球形大气孔的平均直径和标准方差，绘出其孔径分布图。多孔轻质材料的常温抗折强度采用三点弯曲法测定，跨距为 100 mm，试样尺寸为 120 mm×20 mm×10 mm。常温耐压强度采用万能压力实验机测试，试样尺寸为 20 mm×20 mm×20 mm。

2　结果与讨论

2.1　粉煤灰的用量对多孔轻质材料物相组成的影响

研究表明[23]，在 Al_2O_3–SiO_2 体系中，莫来石为 Al_2O_3 与 SiO_2 摩尔比在 1:1~2:1 之间的连续固溶体，且合成原料中的杂质对莫来石相的形成具有重要影响。因此，实验根据莫来石的理论组成，计算粉煤灰和煅烧铝矾土的用量，并适当调整其用量，研究原料配比(表 2 所示)对所制备多孔轻质材料试样物相组成的影响。

表 2　实验所制备样品的原料配方

Table 2　Raw material formula of the samples prepared in the experiment

Sample No.	*w*(fly ash)/%	*w*(calcined bauxite)/%	*w*(SiO_2*)/%
1	33	67	No excess (Theoretical value)
2	44	56	In excess of 5%
3	55	45	In excess of 10%
4	66	34	In excess of 15%

*Refers to the sum of SiO_2 contents in fly ash and calcined bauxite of the raw material formula for preparation of lightweight materials.

图 2 为不同粉煤灰用量时，经 1 400 ℃保温 2 h 烧结后所制备多孔轻质材料试样的 XRD 谱。从图 2 可知，随着粉煤灰用量的增加，α-Al_2O_3 和石英的衍射峰强度呈现先逐渐减弱而后基本保持不变，而莫来石的衍射峰呈现先逐渐增强而后基本保持不变的趋势。当粉煤灰用量为 33%时，所制备多孔轻质材料样品中的主晶相为莫来石相，次晶相为 α-Al_2O_3 和石英相，表明粉煤灰和煅烧铝矾土未完全反应。当粉煤灰用量为 44%时，试样中莫来石的衍射峰增强，而 α-Al_2O_3 和石英的衍射峰减弱。增加粉煤灰用量至 55%时，所制备多孔轻质材料样品中只有莫来石的衍射峰，表明粉煤灰和铝矾土完全反应形成莫来石。进一步增加粉煤灰的用量至 66%时，所制备样品中莫来石衍射峰

强度无明显变化。这可能是随着粉煤灰用量的增加，K_2O、Na_2O 等低熔点物质(表 1 所示)的含量逐渐增多，烧结过程在多孔轻质材料试样中形成了液相，从而促进了莫来石的形成[23]。同时，原料配比中过量的石英可能在烧结过程中与低熔点物质也形成了液相，冷却至室温后转化为玻璃相存在于多孔轻质材料试样中，但形成玻璃相的量可能有限，致使其馒头峰较弱。

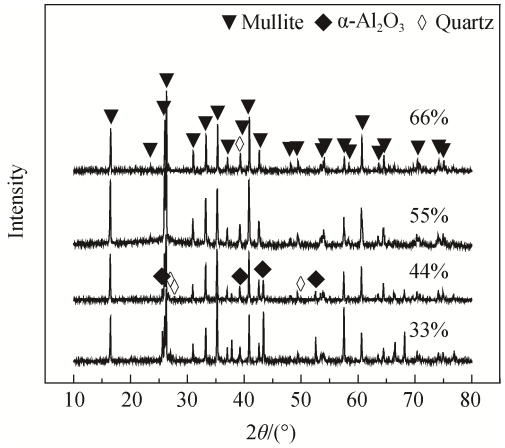


图 2 粉煤灰用量不同时所制备样品的 XRD 谱

Fig. 2 XRD patterns of samples prepared with different contents of fly ash

Rietveld 全谱拟合的结果(图 3)可知，随着粉煤灰用量的增加，所制备多孔轻质材料试样中莫来石的含量逐渐增加，α-Al_2O_3 和石英的含量逐渐降低。当粉煤灰的用量为 33%时，莫来石的含量为 44%，α-Al_2O_3 和石英的含量分别为 48%和 8%。当粉煤灰用量为 44%时，所制备的试样中莫来石的含量为 62%，α-Al_2O_3 和石英的含量分别为 35%和 3%。增加粉煤灰的用量≥55%时，所制备的轻质材料试样中全为莫来石。

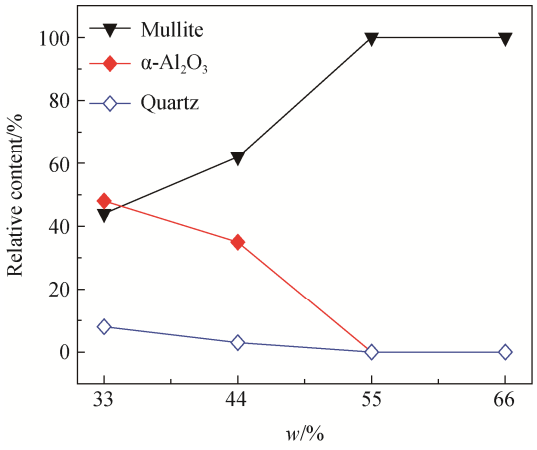


图 3 粉煤灰用量对所制备样品的物相含量的影响

Fig. 3 Effect of fly ash content on crystalline phase contents in samples

2.2 反应温度对多孔轻质材料物相组成的影响

图 4 为粉煤灰用量 55%时，经 1 300~1 600 ℃烧结后所制备样品的 XRD 谱。由图 4 可知，当烧结温度为 1 300 ℃时，所制备多孔轻质材料样品中的主晶相为莫来石相，次晶相为 α-Al_2O_3 相，并伴随有少量的石英和方石英相，表明粉煤灰中的石英和铝矾土中的 α-Al_2O_3 未完全反应。当烧结温度升至 1 400 ℃时，α-Al_2O_3、石英和方石英的衍射峰完全消失，只有莫来石的衍射峰，表明粉煤灰与铝矾土完全反应生成了莫来石。继续升高烧结温度至 1 500~1 600 ℃时，所制备多孔轻质材料样品中仅有莫来石相，且其衍射峰强度无明显变化。

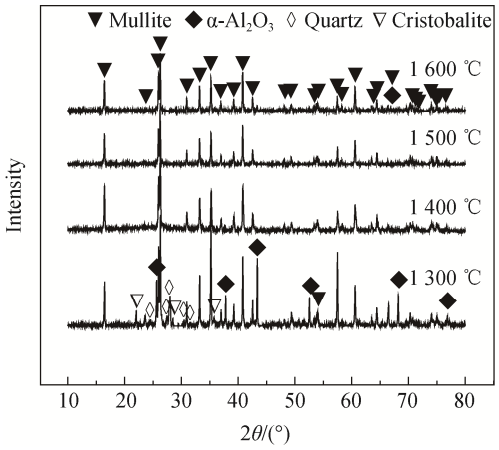


图 4 不同烧结温度时所制备样品的 XRD 谱

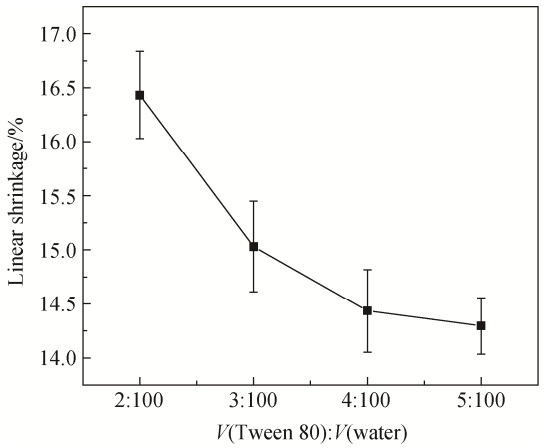
Fig. 4 XRD patterns of samples prepared at various temperatures

2.3 Tween 80 的用量对莫来石轻质材料物理性能的影响

图 5 为表面活性剂 Tween 80 的用量对经 1 400 ℃保温 2 h 烧结后所制备多孔莫来石轻质材料试样线收缩率的影响。由图 5 可以看出，随着表面活性剂 Tween 80 与去离子水体积比从 2:100 增至 5:100 时，所制备多孔莫来石轻质材料的线收缩率从 16.5%减至 14.5%。这主要是由于在相同的油量时，随着 Tween 80 用量的增多，在微乳液液滴油水界面上会吸附更多的 Tween 80，使其界面张力逐渐减小，从而在浆料中形成粒径更小的微乳液液滴[24–25]。烧结过程中小液滴的收缩率比大液滴的收缩率小，从而降低了多孔莫来石轻质材料的线收缩率，这与 Ge 等[19]的研究结果相一致。

图 6 为表面活性剂 Tween 80 的用量对经

1 400 ℃保温 2 h 烧结后所制备多孔莫来石轻质材料试样的体积密度和气孔率的影响。由图 6 可知，随着 Tween 80 与水体积比从 2:100 增至 5:100 时，所制备多孔轻质材料试样的气孔率从 52.2%增加至 65.5%，而其体积密度从 1.51 g/cm^3 减至 1.09 g/cm^3。这主要是由于 Tween 80 用量的增加，浆料中微乳液液滴的体积浓度增大[24–25]，且轻质材料的线收缩率也逐渐减小。



V—Volume.

图 5　Tween 80 的用量对多孔莫来石轻质材料线收缩率的影响

Fig. 5　Effect of Tween 80 content on the liner shrinkage of porous mullite lightweight materials

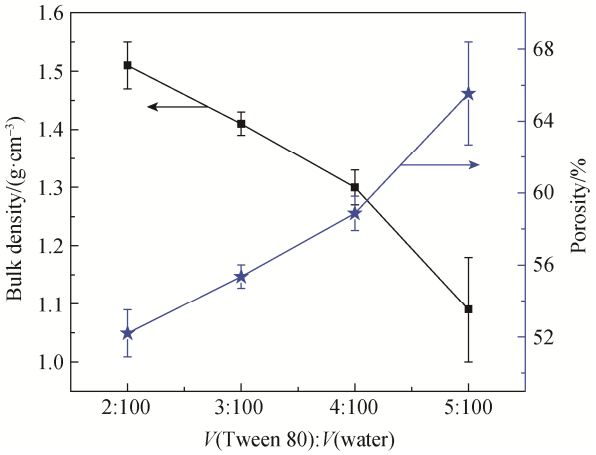


图 6　Tween 80 的用量对多孔莫来石轻质材料体积密度和气孔率的影响

Fig. 6　Effect of Tween 80 content on the bulk density and porosity of porous mullite lightweight materials

2.4　Tween 80 的用量对多孔轻质材料显微结构的影响

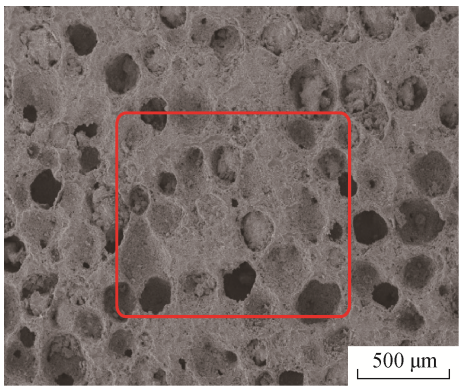
图 7 为表面活性剂 Tween 80 用量对经 1 400 ℃保温 2 h 烧结后所制备多孔莫来石轻质材料显微结构的影响。由图 7 可见，低倍的 SEM 照片中可观察到多孔莫来石轻质材料试样中形成了大量的球形大气孔和少量的环形窗口小气孔。随着 Tween 80 与水体积比的增加，球形大气孔的数量逐渐增多，气孔孔径逐渐减小，且分布变得较为均匀。从高倍 SEM 照片观察到，随着 Tween 80 与水体积比的增大，球形大气孔之间的壁厚逐渐变薄。

基于图 7，对多孔莫来石轻质材料试样中的球形大气孔尺寸进行了统计计算，结果如图 8 所示。由图 8 可知，随着 Tween 80 与水的体积比从 2:100 增至 5:100 时，多孔莫来石轻质材料试样中大气孔平均尺寸从 212 μm 逐渐降至 162 μm，且孔径分布变得更窄，所形成的气孔更均匀。这主要是因为随着 Tween 80 用量的增多，在浆料中微乳液液滴的油水界面吸附更多的 Tween 80，一方面使油水的界面张力降低，从而形成粒径较小的液滴；另一方面，在油水界面形成强度高且坚韧的吸附膜，提高了微乳液液滴的稳定性，使液滴不易聚合或兼并[24–25]。

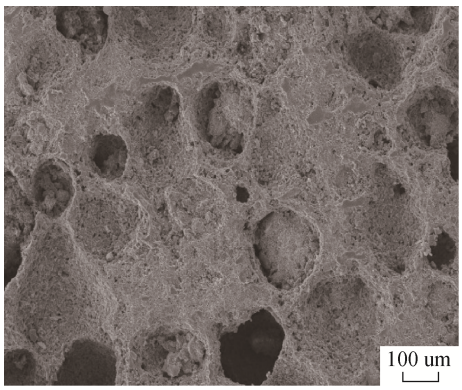
2.5　Tween 80 的用量对多孔轻质材料机械强度的影响

图 9 为表面活性剂 Tween 80 的用量对经 1 400 ℃保温 2 h 烧结后所制备多孔莫来石轻质材料强度的影响。由图 9 可知，随着 Tween 80 与去离子水体积比的增加，所制备多孔莫来石轻质材料试样的抗压强度和抗折强度均呈现逐渐降低的趋势。其原因主要是随着 Tween 80 用量的增加，多孔莫来石轻质材料试样的气孔率逐渐增大，致使多孔轻质材料试样的力学性能降低。当 Tween 80 与去离子水体积比为 5:100，所制备气孔率为 65.5%的多孔莫来石轻质材料试样的抗压强度和抗折强度仍分别高达 42.5 MPa 和 26.0 MPa。Tween 80 的抗压强度远高于采用发泡注凝成型法(以蓝晶石粉体和氢氧化铝为主要原料)所制备的具有相近气孔率(64.0%)的多孔莫来石轻质材料的抗压强度(33.0 MPa)[26]。其原因为：1) 本实验所制备的莫来石多孔轻质材料具有孔径小，且孔径分布较为均匀，可以显著提高轻质材料的强度[27]；2) 粉煤灰和煅烧铝矾土中含有一定量的 K_2O、Na_2O 等低熔点物质(见表 1)，烧结过程中会在试样中形成一定量的液相，一方面促进轻质材料的烧结，另一方面，液相会填充轻质材料的孔壁和骨架部分的气孔，降低其孔隙率，从而提高轻质材料的强度。同时，烧结后适量

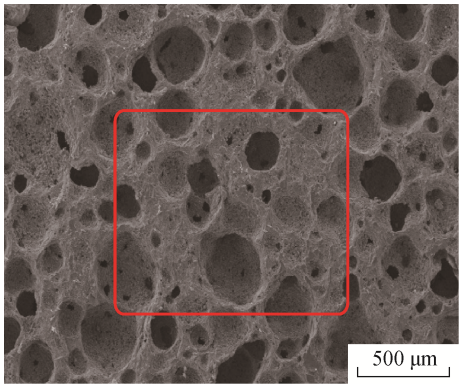
的玻璃相存在于轻质材料中，会起到黏结轻质材料颗粒的作用，从而进一步提高材料的强度[28–29]。



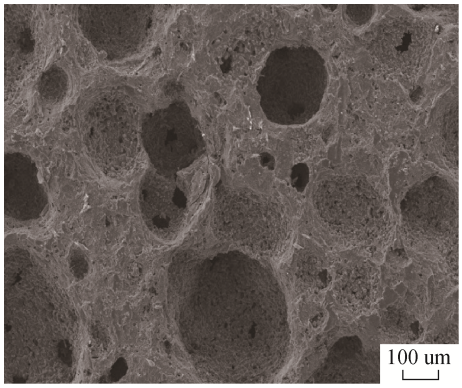
(a) SEM photograph of *V*(Tween): *V*(water)=2:100



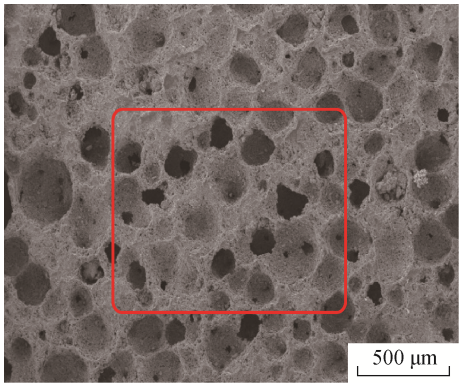
(b) A magnified photograph of square in Fig. 7(a)



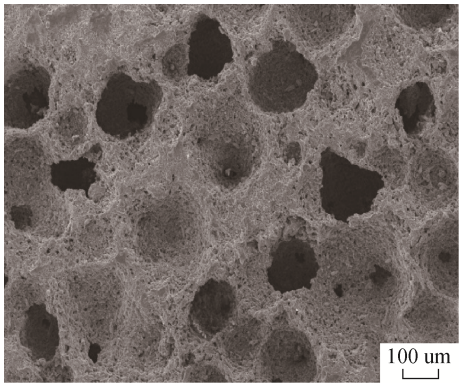
(c) SEM photograph of *V*(Tween): *V*(water)=3:100



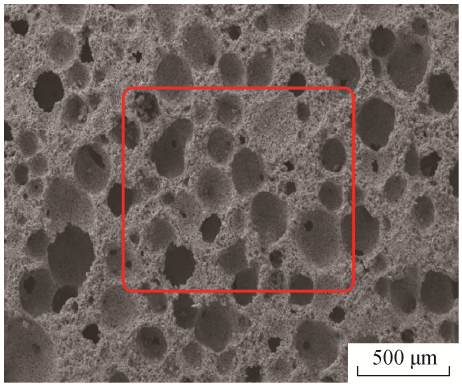
(d) A magnified photograph of square in Fig. 7(c)



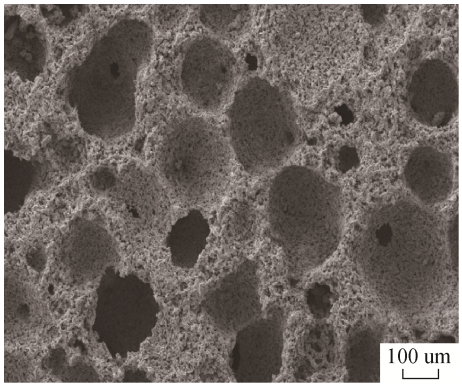
(e) SEM photograph of *V*(Tween): *V*(water)=4:100



(f) A magnified photograph of square in Fig. 7(e)



(g) SEM photograph of *V*(Tween): *V*(water)=5:100



(h) A magnified photograph of square in Fig. 7(g)

图 7 Tween 80 与水体积比不同时所制备多孔莫来石轻质材料的 SEM 照片

Fig. 7 SEM images of porous mullite lightweight materials prepared with various volume ratio of Tween 80 to water

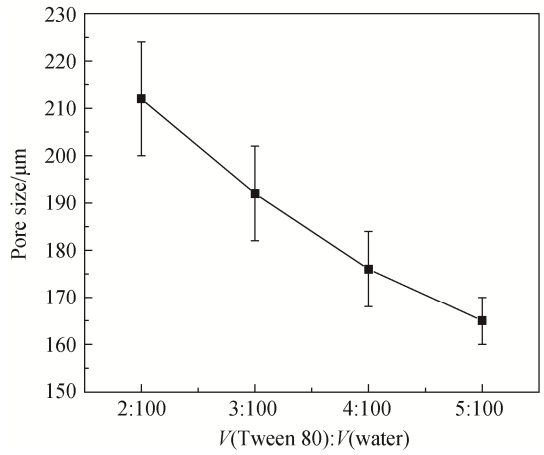


图 8　Tween 80 的用量对多孔莫来石轻质材料球形气孔尺寸的影响

Fig. 8　Effect of Tween 80 content on spherical pore size of porous mullite lightweight materials

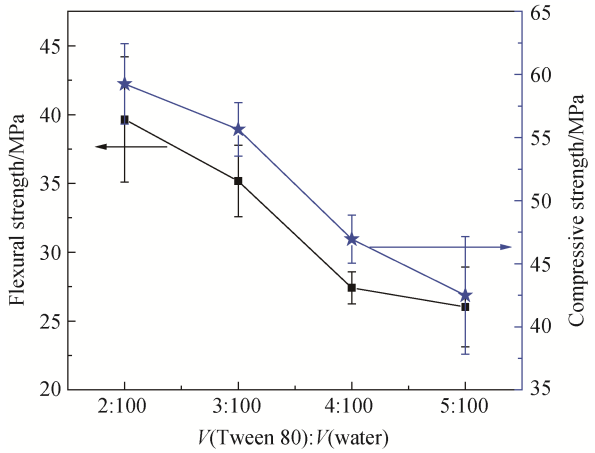


图 9　Tween 80 用量对多孔莫来石轻质材料力学性能的影响

Fig. 9　Effect of Tween 80 content on mechanical properties of porous mullite lightweight materials

3　结论

1) 以粉煤灰和铝矾土为原料，采用微乳液模板法结合反应烧结经 1 400 ℃保温 2 h 烧结制备了气孔率为 52.2%~65.5%的多孔莫来石轻质材料。

2) 表面活性剂 Tween80 的加入明显地降低了多孔莫来石轻质材料的烧结线收缩率。当粉煤灰的用量为 55%，Tween80 与水体积比为 5:100 时，所制备气孔率为 65.5%、球形孔径约为 162 μm 的多孔莫来石轻质材料的抗压强度和抗折强度分别达 42.5 MPa 和 26.0 MPa，其线收缩率仅为 14.5%。

参考文献:

[1] YUAN L, MA B Y, ZHU Q, et al. Preparation and properties of mullite-bonded porous fibrous mullite ceramics by an epoxy resin gel–casting process [J]. Ceram Int, 2017, 43: 5478–5483.

[2] ZHANG R, FANG D, PEI Y, et al. Microstructure mechanical and dielectric properties of highly porous silicon nitride ceramics produced by a new water-based freeze casting [J]. Ceram Int, 2012, 38(5): 4373–4377.

[3] TASLICUKUR Z C, BALABAN N, KUSKONMAZ. Production of ceramic foam filters for molten metal filtration using expanded polystyrene [J]. J Eur Ceram Soc, 2007, 27(2): 637–640.

[4] ZHENG Y, ZHENG Y, Li Z, et al. Preparations of C/SiC composites and their use as supports for Ru catalyst in ammonia synthesis [J]. J Mol Catal A–Chem, 2009, 301(1/2): 79–83.

[5] YANG Y, SHIMAI S, SUN Y, et al. Fabrication of porous Al_2O_3 ceramics by rapid gelation and mechanical foaming [J]. J Mater Res, 2013, 28(15): 2012–2016.

[6] DENG X G, YIN J Q, Zhang W C, et al. Microstructure and mechanical performance of acicular mullite-reinforced porous self-bonded ceramics [J]. J Mater Sci, 2020, 55: 9322–9329.

[7] ZHANG Y, YU J, CHEN S, et al. Wastewater treatment using bioreactor with dual functional ceramic membrane [J]. Int J Environ Pollut, 2009, 38(3): 318–327.

[8] 孙朋, 李宇, 郭占成. 用不同粒度颗粒与添加造孔剂制备钢渣多孔陶瓷吸声材料[J]. 硅酸盐学报, 2015, 43(6): 753–764.
SUN Peng, LI Yu, GUO Zhancheng. J Chin Ceram Soc, 2015, 43(6): 753–764.

[9] DENG X G, ZHANG W C, YIN J Q, et al. Microstructure and mechanical performance of porous mullite ceramics added with TiO_2 [J]. Ceram Int, 2020, 46: 8438–8443.

[10] 邓先功, 韦婷婷, 冉松林, 等. 发泡–注凝成型法制备自结合莫来石多孔陶瓷[J]. 硅酸盐学报, 2017, 45(12): 1803–1809.
DENG Xiangong, WEI Tingting, RAN Songlin, et al. J Chin Ceram Soc, 2017, 45(12): 1803–1809.

[11] 吴文浩, 张海军, 葛胜涛, 等. 发泡法制备莫来石多孔陶瓷[J]. 硅酸盐学报, 2020,48(9): 1353–1359.
WU Wenhao, ZHANG Haijun, GE Shengtao, et al. J Chin Ceram Soc, 2020, 48(9): 1353–1359.

[12] LEE J H, CHOI H J, YOON S Y, et al. Porous mullite ceramics derived from coal fly ash using a freeze–gel casting/polymer sponge technique [J]. J Porous Mat, 2013, 20: 219– 226.

[13] AKPINARS, KUSOGLU I M, ERTUGRUL O, et al. *In situ* mullite foam fabrication using microwave energy [J]. J Eur Ceram Soc, 2012, 32: 843–848.

[14] 韦奇, 王大伟, 张术根. 溶胶–凝胶法制备 Al_2O_3–SiO_2 复合膜的微观结构分析[J]. 硅酸盐学报, 2001, 29(4): 392–396.
WEI Qi, WANG Dawei, ZHANG Shugen. J Chin Ceram Soc, 2001, 29(4): 392–396.

[15] XIA Y F, ZENG Y P, JIANG D L. Mechanical and dielectric properties of porous Si_3N_4 ceramics using PMMA as pore former [J]. Ceram Int, 2011, 37: 3775–3779.

[16] LIU R P, WANG C A. Effects of mono–dispersed PMMA micro-balls as pore-forming agent on the properties of porous YSZ ceramics [J]. J Eur Ceram Soc, 2013, 33(10): 1859–1865.

[17] LEE J S, PARK J K. Processing of porous ceramic spheres by

pseudo-double-emulsion method [J]. Ceram Int, 2003, 29(3): 271–278.

[18] YU J L, Yang J L, LI H X, et al. Study on particle stabilized Si_3N_4 ceramic foams [J]. Mater Lett, 2011, 65(12): 1801–1804.

[19] GE H B, WANG G, YUAN B, et al. Fabrication and microstructure of porous SiC ceramics using suspension emulsions as pore-forming agents [J]. Ceram Int, 2014, 40(8): 11705–11711.

[20] WANG X, LI J H, GUAN W M, et al. Emulsion-templated high porosity mullite ceramics with sericite induced textured structures [J]. Mater Design, 2016, 89: 1041–1047.

[21] ZHU Z W, WEI Z L, SUN W P, et al. Cost-effective utilization of mineral-based raw materials for preparation of porous mullite ceramic membranes via *in-situ* reaction method [J]. Appl Clay Sci, 2016, 120: 135–141.

[22] MA B Y, SU C, REN X M, et al. Preparation and properties of porous mullite ceramics with high-closed porosity and high strength from fly ash via reaction synthesis process [J]. J Alloy Compd, 2019, 803: 981–991.

[23] 李楠, 顾华志, 赵惠忠. 耐火材料学[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2010: 130–137.

[24] YUAN B, WU H B, SUN X F, et al. Fabrication of porous alumina green bodies from suspension emulsions by gelcasting [J]. Mater Lett, 2012, 81: 151–154.

[25] NIKIFORDIS C V, KIOSSEOGLOU V. Competitive displacement of oil body surface proteins by Tween 80-effect on physical stability [J]. Food Hydrocolloid, 2011, 25: 1063–1068.

[26] GUO H S, YE F B, LI W F, et al. Preparation and characterization of foamed microporous mullite ceramics based on kyanite [J]. Ceram Int, 2015, 41: 14645–14651.

[27] TANG L P. A study of the quantitative relationship between strength and pore-size distribution of porous materials [J]. Cement and Concrete Res, 1986, 16(1): 87–96.

[28] 林亚梅, 李翠伟, 汪长安. 莫来石含量对钙长石/莫来石复相多孔陶瓷结构与性能的影响. 无机材料学报, 2011, 26(10): 1095–1100.
LIN Yamei, LI Cuiwei, WANG Changan, et al. J Inorg Mater (in Chinese), 2011, 26 (10): 1095–1100.

[29] ZHU Jianbin, YAN Hong. Microstructure and properties of mullite-based porous ceramics produced from coal fly ash with added Al_2O_3 [J]. Int J Miner, 2017, 24(3): 309–315.