

## УСЛОВИЯ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ МУЛЛИТА

© 2021 г. Л. В. Морозова\*

*Институт химии силикатов им. И.В.Гребенищикова РАН,  
наб. Макарова, 2, Санкт-Петербург, 199034 Россия*

*\*e-mail: morozova\_l\_v@mail.ru*

Поступила в редакцию 26.12.2019 г.

После доработки 27.07.2020 г.

Принята к публикации 06.08.2020 г.

Разработана технология получения нанопористой керамики на основе муллита ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ). Механохимическое активирование оксидов, участвующих при синтезе муллита ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  и аморфный  $\text{SiO}_2$ ), позволяет получить однофазный  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  и снизить его температуру спекания до  $1300^\circ\text{C}$ . Установлено влияние давления прессования и количества порообразующей добавки (карбоната аммония) на величину открытой пористости, объем пор и распределение пор по размерам в спеченной керамике  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ . Получена муллитовая нанокерамика с открытой пористостью 42–47%, размером пор <200 нм и прочностью при сжатии 50–65 МПа.

**Ключевые слова:** муллит, механохимическое активирование, открытая пористость, нанопоры, распределение пор по размерам

**DOI:** 10.31857/S0132665120060153

### ВВЕДЕНИЕ

Интерес к оксидной керамике, используемой в качестве фильтрационных мембран, применяемых при тонкой очистке жидких и газовых сред в различных отраслях промышленности, продиктован тем, что данная керамика обладает особым комплексом свойств: высокой химической и коррозионной стойкостью, термической стабильностью при температурах эксплуатации  $\geq 500^\circ\text{C}$ , стабильностью геометрических размеров, длительным ресурсом работы и возможностью многократной регенерации.

Несмотря на хрупкость и относительно высокую стоимость керамических фильтров, они быстро окупаются за счет высоких эксплуатационных показателей и длительного срока службы (до 10 лет и выше вместо 1 г. для полимерных мембран) [1]. В современном материаловедении является актуальной проблема разработки и внедрения технологий производства фильтрационных мембран с открытой пористостью >40%, а также с заданным распределением пор по размерам и со средними размерами пор ~30–300 нм. Керамический мембранный фильтр состоит из пористой подложки, которая обеспечивает механическую прочность, и мембранного слоя, определяющего тонкость фильтрации. Композиции на основе оксида алюминия ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) наиболее часто применяют в качестве пористой основы [2–5], на которую шликерным литьем или золь-гель методом наносят селективные слои, позволяющие существенно снизить размер пор (до 100–200 нм) и сделать их распределение мономодальным [1, 6, 7]. Соединение оксида алюминия с диоксидом кремния – муллит также целесообразно использовать при создании фильтрационных мембран [8].

При синтезе муллита из природных образцов (каолин, шамот, кварцевый песок, кремнезем) при температуре  $\geq 1500^\circ\text{C}$  даже в относительно чистых материалах практический выход муллита составляет не более 50–60% от теоретического [9]. Основная трудность получения муллита данным способом заключается в необходимости использования высоких температур, для повышения диффузионной подвижности катионов алюминия и кремния через слой  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ , образующегося на границе между частицами исходных оксидов [10]. Это препятствует формированию требуемой поровой структуры в муллитовой керамике. Важно проведение исследований в направлении разработки технологических приемов для получения  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  из синтетических компонентов с заданными параметрами открытой пористости и распределением пор по размерам. На данный момент в научной литературе практически отсутствуют сведения об условиях формирования пористой структуры в муллите с размером пор  $< 300$  нм. Авторы патента [11] описывают получение керамики  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  с открытой пористостью  $\sim 50\%$  и размером частиц 10–100 мкм в температурном интервале  $1400\text{--}1700^\circ\text{C}$ , однако, в таком крупнодисперсном керамическом материале крайне сложно достичь равномерного распределения пор по размерам, не говоря уже о создании поровой структуры необходимой для фильтрационных мембран. Для снижения температуры образования муллита и получения на его основе тонкопористой керамики желательнее использовать дисперсные компоненты [12], что позволит сформировать в конечном изделии нанопористую структуру.

Применение механохимического активирования (МА) при синтезе  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  дает возможность увеличить не только дисперсность порошков, но и создает дополнительные структурные дефекты, позволяющие интенсифицировать процесс образования и спекания муллитовой керамики при температурах  $\leq 1300^\circ\text{C}$  [13]. В исследованиях [14–17], посвященных механохимическому активированию синтеза муллита, также отмечается положительное влияние МА на процесс формирования  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  и указывается на возможность снижения температуры спекания муллитовой керамики на  $200\text{--}300^\circ\text{C}$  по сравнению с методом твердофазного синтеза.

Цель работы – синтез однофазного муллита, используя механохимическое активирование  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  и аморфного  $\text{SiO}_2$ , получение на его основе керамики с контролируемой открытой пористостью ( $\sim 40\text{--}45\%$ ) и размером пор менее 200 нм.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

### *Методы исследования*

Рентгенофазовый анализ (РФА, дифрактометр D8-Advance фирмы Bruker) применяли для идентификации структуры и фазового состава порошков. Съемку проводили в интервале углов  $2\theta$ :  $15^\circ\text{--}65^\circ$  при комнатной температуре. Средний размер кристаллов порошков и зерен в спеченной керамике рассчитывали по формуле Селякова–Шерера:  $d = 0.9 \lambda / (\beta \cos \theta)$  [18]. Методом низкотемпературной адсорбции азота (БЭТ) оценивали площадь удельной поверхности порошков (анализатор сорбции газов Quantachrom NOVA 1200e). Дифференциальный термический анализ (ДТА, дериватограф Q-1000 фирмы MOM) применяли для изучения процессов термического разложения в интервале температур  $20\text{--}1000^\circ\text{C}$ . Термическую обработку порошков и спрессованных компактов проводили в интервале температур  $500\text{--}1300^\circ\text{C}$  (электрическая печь фирмы Naberterm с программным управлением). Методом гидростатического взвешивания определяли открытую пористость керамических образцов [19]. Методом ртутной порометрии установили общий объем пор и распределение пор по размерам в спеченной керамике (порометр фирмы Carlo Erba Strumentazione модель 2000). Применяли метод определения предела прочности при сжатии [20] и методы определения кислотостойкости и щелочестойкости термостойкой керамики [21].

**Таблица 1.** Исходные реагенты для синтеза керамики  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ 

Наименование реагента	Химическая формула	Марка реактива	ГОСТ
Азотнокислый алюминий	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	“х. ч.”	3757–75
Аммиак водный	$\text{NH}_4\text{OH}$	“ч. д. а.”	3760–79
Кремниевая кислота	$\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	“ч. д. а.”	4214–78
Карбонат аммония	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	“ч.”	3770–75

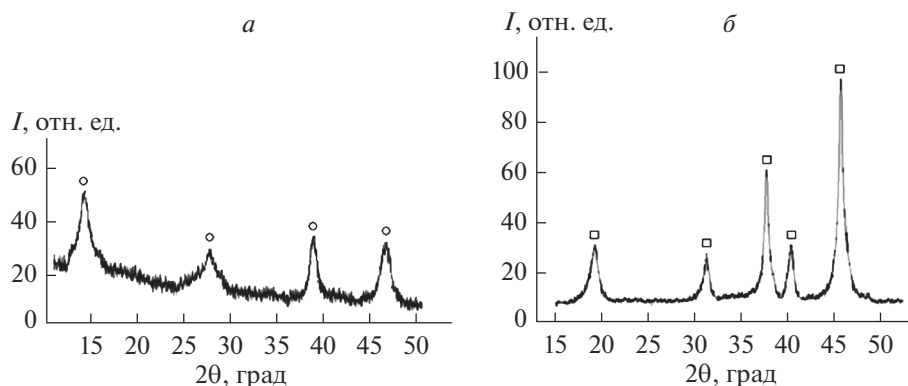
*Синтез порошков-прекурсоров для получения муллита*

С учетом результатов работы [22], в которой отмечено, что при синтезе муллита из алюмосиликатов существенное значение имеет дисперсность оксида алюминия, а также принимая во внимание исследования по выбору оптимальных компонентов для получения  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  [14–17], для синтеза однофазного муллита использованы нанодисперсный  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  и аморфный  $\text{SiO}_2$ , полученные из реагентов, приведенных в табл. 1.

 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 

Из соли  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  был приготовлен разбавленный раствор с концентрацией 0.1 М, из которого осуществляли осаждение гидроксида алюминия водным раствором  $\text{NH}_4\text{OH}$  (~1 М). Процесс осаждения проводили при температуре 0–2°C на водно-ледяной бане для уменьшения степени агломерации  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Значение pH в реакционном сосуде поддерживали на уровне 9.0–9.5 единиц, чтобы избежать растворения уже образовавшегося гидроксида алюминия. Гелеобразный осадок  $\text{Al}(\text{OH})_3$  подвергали вакуумной фильтрации, а затем термообработывали при 150°C (1 ч) в сушильном шкафу SNOL до образования бемита ( $\text{AlOOH}$ ) (рис. 1а).

Методом дифференциального термического анализа исследовано термическое поведение  $\text{AlOOH}$  (рис. 2а). В интервале температур 100–300°C происходит дегидратация бемита. На кривой ДТА регистрируется экзотермический эффект (420–485°C), соответствующий кристаллизации оксида алюминия. Далее РФА порошка, после обжига  $\text{AlOOH}$  при 500°C (1 ч), свидетельствуют об образовании  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , средний раз-



**Рис. 1.** Дифрактограммы порошков, полученных при термическом разложении гидроксида алюминия: бемит (150°C) (а),  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  (500°C) (б).  $\circ$  –  $\text{AlOOH}$ ,  $\square$  –  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

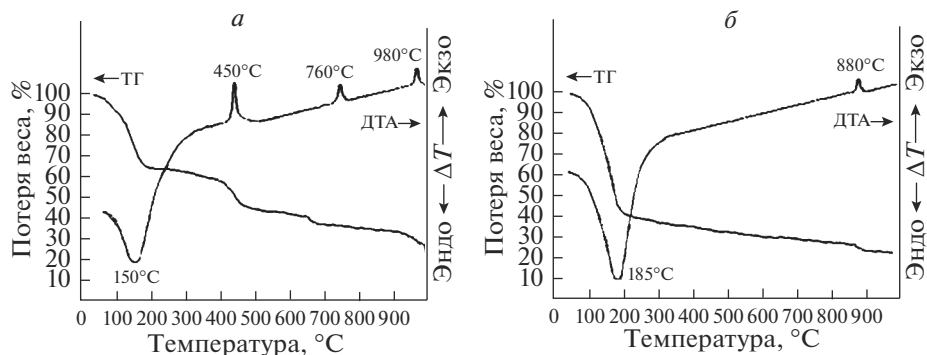


Рис. 2. Дифференциально-термический анализ AlOOH (а) и SiO<sub>2</sub> · nH<sub>2</sub>O (б).

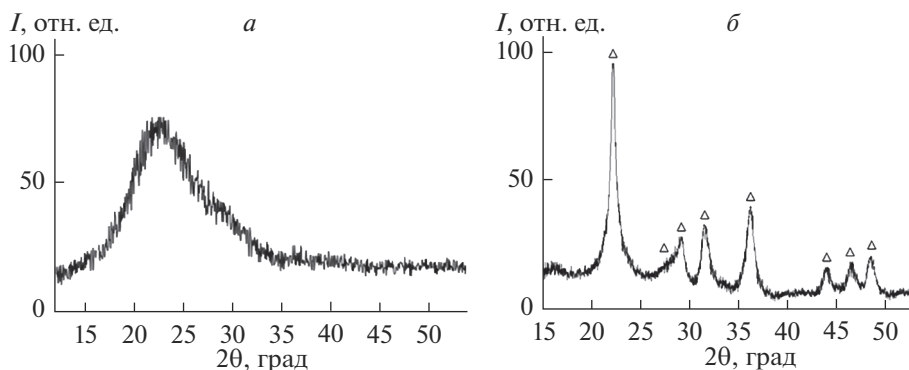


Рис. 3. Дифрактограммы порошков, полученных при термическом разложении кремниевой кислоты: аморфный SiO<sub>2</sub> (200°C) (а), α-кристобалит (900°C) (б).

мер кристаллов которого составляет 18–20 нм, а площадь удельной поверхности ~115 м<sup>2</sup>/г. Экзотермические эффекты при 760 и 980°C указывают на фазовые переходы  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \delta\text{-Al}_2\text{O}_3$  и  $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  соответственно.

### SiO<sub>2</sub>

Для получения аморфного SiO<sub>2</sub> кремниевую кислоту подвергали термическому разложению. На рис. 2б видно, что в интервале температур 100–250°C фиксируется глубокий эндотермический эффект, характеризующий дегидратацию SiO<sub>2</sub> · nH<sub>2</sub>O. Именно в этом интервале температур происходит основная потеря массы образца (~54%, кривая ТГ) и кремниевая кислота переходит в аморфный SiO<sub>2</sub> (рис. 3а). Площадь удельной поверхности диоксида кремния после термообработки при 250°C (1 ч) составляет ~300 м<sup>2</sup>/г. По данным РФА, в интервале температур 250–850°C диоксид кремния не претерпевает фазовых изменений и образец остается рентгеноаморфным. Выше 850°C наблюдается незначительный экзотермический эффект, обусловленный, по данным РФА (рис. 3б), кристаллизацией α-кристобалита из аморфного оксида кремния.

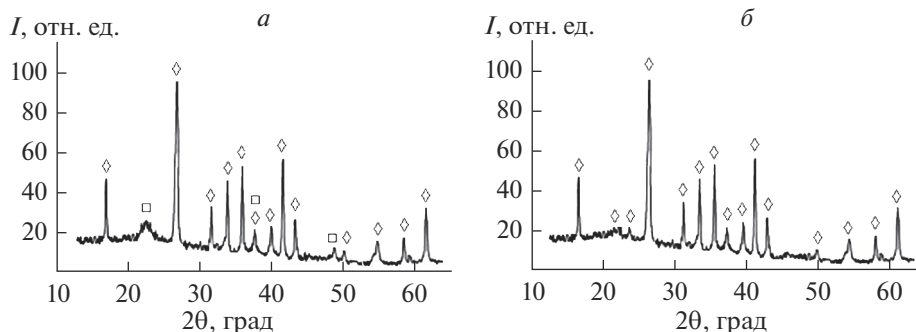


Рис. 4. Дифрактограммы муллита, полученного при 1100°C (а) и при 1300°C (б).  $\diamond$  –  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ,  $\square$  –  $\alpha$ -кристобалит.

#### Получение пористой муллитовой керамики

В исследованиях [14–17], отмечается, что алюмосиликатная структура начинает формироваться в процессе МА и последующее нагревание МА-порошка ведет к образованию фазы со шпинельной структурой, которая превращается в муллит при 1100°C [15]. Учитывая вышесказанное, смешение  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  и аморфного  $\text{SiO}_2$  в соотношении  $\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 = 3 : 2$  (как в муллите) осуществляли в режиме сухого помола в планетарной мельнице фирмы Fritch в течение 15 мин (соотношение массы мелющих шаров из высокоплотной алюмооксидной керамики к общей массе порошка составляло 10 : 1).

Для формирования пористой структуры в  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  использовали метод выгорающих добавок, основанный на введении и последующем выжигании порообразующего компонента. Данный метод перспективен для получения проницаемой керамики с порами каналаобразной формы [23]. В МА-смеси добавляли порообразователь (карбонат аммония) в количестве 10 и 20 мас. % к общей массе порошка и перемешивали еще в течение 10 мин для гомогенного распределения  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  во всем объеме смеси, чтобы после его выгорания получить равномерную пористую структуру в конечном изделии.

Из МА-смесей порошков методом одноосного двухстороннего прессования на гидравлическом прессе (ПГР-10) при давлениях 70 и 100 МПа прессовали таблетки ( $d = 30$  мм,  $h = 2\text{--}3$  мм). Спрессованные образцы обжигали на воздухе при температурах 1100, 1200 и 1300°C (2 ч), скорость нагревания составляла  $\sim 400^\circ\text{C}/\text{ч}$  [8, 9]. Охлаждение образцов не регулировали и проводили вместе с печью. По результатам РФА после обжига при 1100°C получены образцы муллита с небольшой примесью фазы  $\alpha$ -кристобалита (рис. 4а), и открытой пористостью 53 и 57% в зависимости от количества  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ . Образцы оказались непрочными и разрушались под воздействием небольших механических нагрузок. При дальнейшем повышении температуры 1100°C  $\rightarrow$  1200°C фаза  $\alpha$ -кристобалита растворяется в  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ , образуя твердый раствор диоксида кремния в муллите [24]. После обжига при 1300°C получены однофазные образцы  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  (рис. 4б). Значения линейной усадки, открытой пористости и среднего размера зерен в спеченных образцах муллита приведены в табл. 2.

Поскольку пористая проницаемая алюмооксидная керамика востребована в качестве фильтрующих элементов, работающих в условиях воздействия на них как кислот, так и щелочей, была проведена оценка химической стойкости полученных образцов муллита. Для определения химической стойкости были выбраны образцы  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ , спеченные при 1300°C. Оценка химической стойкости проводили по методике [21]. Образцы

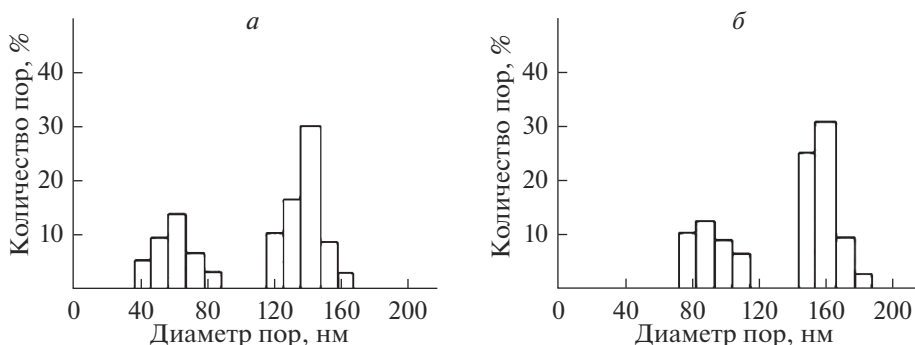
**Таблица 2.** Условия получения и свойства пористой керамики  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ 

Состав МА-шихты	Давление прессова- ния, МПа	Темпера- тура спе- кания, °С	Линей- ная усадка, %	Сред- ний размер зерна, нм	Откры- тая пори- стость, %	Объем пор, см <sup>3</sup> /г	Предел прочно- сти при сжатии, МПа	Химическая стойкость, %	
								$\text{HNO}_3$	$\text{NaOH}$
$3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 +$ $+ 10 \text{ мас. \%}$ $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	75	1300	3	85	40	0.310	62	96.5	84.7
	100	1300	5	73	38	0.295	65	97.1	85.1
$3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 +$ $+ 20 \text{ мас. \%}$ $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	75	1300	7	97	47	0.437	55	96.1	83.7
	100	1300	5	89	45	0.415	59	96.8	84.3

перед исследованиями сушили до постоянства массы при температуре 120°C, а затем помещали в азотную кислоту (концентрация 2 М) или в гидроксид натрия (концентрация 2 М) и выдерживали в течение 1 ч при температуре 60°C. После этого образцы промывали дистиллированной водой, сушили до постоянства массы и определяли химическую стойкость по потере массы. Образцы пористого муллита имеют достаточно высокие значения кислотостойкости и щелочестойкости (табл. 2). Полученные данные хорошо коррелируют с результатами, приведенными в работе [25].

Методом ртутной порометрии исследована пористая структура образцов  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ , спеченных при 1300°C. Установлено, что после прессовки МА-смесей под давлением 70 МПа получается керамика с бимодальным распределением пор по размерам. Использование  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  в количестве 20 мас. % увеличивает размер пор приблизительно в 1.5 раза, по сравнению с 10 мас. % бикарбоната аммония (рис. 5). Увеличение давления прессования МА-смесей до 100 МПа приводит к образованию керамики с достаточно узким мономодальным распределением пор по размерам 80–125 нм для 10 мас. %  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  и 102–153 нм для 20 мас. %  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  (рис. 6). В табл. 2 приведен объем пор во всех исследованных образцах. Также установлено, что пористая структура муллита влияет на предел прочности муллитовой керамики при сжатии, чем меньше размер и объем пор, тем больше значения прочности (табл. 2, рис. 6).

Учитывая тот факт, что размер пор в образцах  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  не превышает 200 нм, а открытая пористость составляет 40–47%, полученный муллит можно использовать без селективных слоев в определенных случаях фильтрации жидкостей. Это является по-



**Рис. 5.** Распределение пор по размерам в керамике  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  ( $P_{\text{прес}} = 70$  МПа, 1300°C, 2 ч). 10 мас. %  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  (а); 20 мас. %  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  (б).

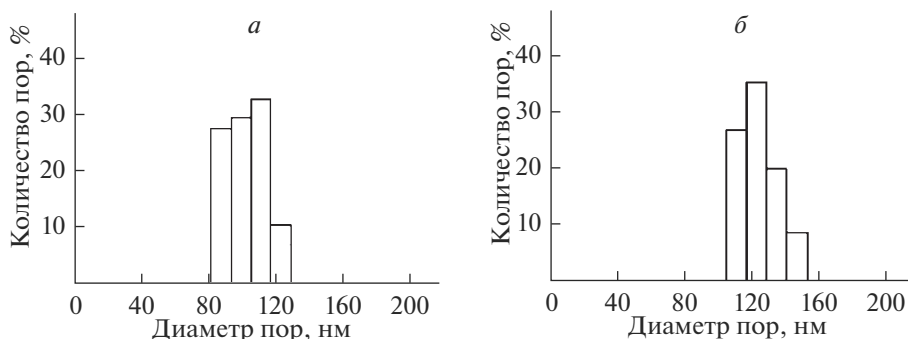


Рис. 6. Распределение пор по размерам в керамике  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  ( $P_{\text{прес}} = 100$  МПа,  $1300^\circ\text{C}$ , 2 ч). 10 мас. %  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  (а); 20 мас. %  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  (б).

ложительным аспектом, поскольку при нанесении селективных слоев на пористую подложку методом шликерного литья, который наиболее часто используется, появляется проблема устранения пузырьков, образующихся в процессе изготовления шликера и его фиксации на керамике. В результате термообработки для закрепления селективных слоев в нем будут формироваться пустоты и это может приводить к образованию крупных пор и растрескиванию мембранного покрытия.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложен способ получения однофазной нанопористой муллитовой керамики, включающий механохимическое активирование  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  и аморфного  $\text{SiO}_2$ , введение в МА-смесь порообразователя (карбонат аммония) и спекание спрессованных образцов при температуре  $1300^\circ\text{C}$  (2 ч). Установлено влияние количества  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , вводимого в МА-смесь, и давления прессования на открытую пористость керамики, объем пор и распределение пор по размерам. Показана возможность получения керамики  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  с открытой пористостью  $\sim 45\%$  и мономодальным распределением пор в интервале от 80 до 150 нм, которую целесообразно использовать при создании фильтрационных элементов для разделения жидкостей, а также в системах подготовки питьевой воды.

Автор благодарит д. х. н. А.Е. Лапшина за проведение рентгенофазового анализа и к. х. н. Е.А. Васильеву за помощь в обсуждении данных, полученных методом ртутной порометрии.

Работа проведена в рамках темы НИР “Неорганический синтез и исследование керамических и органо-неорганических композиционных материалов и покрытий”.

№ государственной регистрации (ЦИТ и С): АААА-А19-119022290091-8.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Комоликов Ю.И., Благинина Л.Л. Технология керамических микро- и ультрафильтрационных мембран (обзор) // Огнеупоры и техническая керамика. 2002. № 5. С. 20–28.
2. Буякова С.П., Кульков С.Н. Формирование структуры пористой керамики, спеченной из нанокристаллических порошков // Огнеупоры и техническая керамика. 2005. № 11. С. 6–11.
3. Красный Б.Л., Тарасовский В.П., Красный А.Б., Кутейникова А.Л. Свойства пористой проницаемой керамики на основе монофракционных порошков корунда и нанодисперсного связующего // Стекло и керамика. 2009. № 6. С. 18–21.
4. Морозова Л.В., Калинина М.В., Шилова О.А. Получение и свойства пористой керамики на основе алюмомагниевого шпинели и диоксида циркония // Перспективные материалы. 2017. № 3. С. 59–69.

5. Васильева Е.А., Морозова Л.В., Лапшин А.Е., Конаков В.Г. Пористая керамика на основе алюмомагниевого шпинели // Журн. прикладной химии. 2002. Т. 75. Вып. 6. С. 898–902.
6. Зырянов В.В. Многослойные керамические мембраны с селективной проницаемостью // Конструкции из композиционных материалов. 2007. № 1. С. 32–49.
7. Витязь П.А., Прохоров О.А., Шелехина В.М., Пилиневич Л.П. Технология изготовления керамических мембранных фильтров с градиентной микро- и нанопористой структурой // Вестник ДГТУ. 2008. Т. 8. № 1. С. 37–41.
8. Матренин С.В., Слосман А.И. Техническая керамика: Учебное пособие. Томск: Изд-во ТПУ. 2004. 75 с.
9. Дятлова Е.М., Какошко Е.С., Подболотов К.Б. Влияние вида сырья и активирующих добавок на процесс спекания, свойства, и структуру керамики на основе системы  $Al_2O_3-SiO_2$  // Огнеупоры и техническая керамика. 2013. № 7–8. С. 12–18.
10. Стрелов К.К. Теоретические основы технологии огнеупорных материалов: учебное пособие. М.: Металлургия, 1985. 480 с.
11. Патент РФ № 2182569 / Владимиров В.С., Мойзис С.Е., Карпунин И.А., Корсун С.Д., Долгов В.И. / Пористый огнеупорный муллитовый материал и способ его получения. Официальный бюллетень Федеральной службы по интеллектуальной собственности (Роспатент) 2002, № 12.
12. Гусев А.И., Ремпель А.А. Нанокристаллические материалы. М.: Физматлит. 2001. 223 с.
13. Зырянов В.В. Механохимическая керамическая технология // Механохимический синтез в неорганической химии. Новосибирск: Наука, 1991. 102 с.
14. Карагедов Г.Р., Любушко Г.И. Механохимически стимулированный синтез однофазного муллита // Химия в условиях устойчивого развития. 1998. Т. 6. № 2–3. С. 161–163.
15. Tetuijin J., Okada K., Mackenzie K.D. Comparative study of mechanochemical preparation of aluminosilicate precursors and amorphous silica // Brit. Ceram. Trans. 2000. V. 99. № 1. P. 76–79.
16. Патент РФ № 2463275 / Аввакумов Е.Г., Лепезин Г.Г., Сереткин Ю.В. / Способ получения муллита. Официальный бюллетень Федеральной службы по интеллектуальной собственности (Роспатент) 2012, № 2.
17. Пимков Ю.В., Филатова Н.В., Косенко Н.Ф., Безруков Р.М. Физико-химический анализ механоактивированного процесса муллитизации // Огнеупоры и техническая керамика 2014. № 4–5. С. 22–31.
18. Гусев А.И., Курлов А.С. Аттестация нанокристаллических материалов по размеру частиц (зерен) // Металлофизика и новейшие технологии. 2008. Т. 30. № 5. С. 679–694.
19. Межгосударственный стандарт ГОСТ 2409–2014.
20. Национальный стандарт Российской Федерации ГОСТ Р 7875–83.
21. Межгосударственные стандарты ГОСТ 473.1–81 и ГОСТ 473.2–81.
22. Назарова Т.И., Игнатова Т.С., Перепелицын В.А., Кудрявцева Т.Н. Влияние микроструктуры на свойства синтетических алюмосиликатных изделий // Огнеупоры. 1981. № 12. С. 44–47.
23. Гузман И.Я. Высокоогнеупорная пористая керамика. М.: Металлургия, 1971. 208 с.
24. Беляков А.В. Твердые растворы оксида кремния в муллите // Стекло и керамика. 2003. № 12. С. 17–20.
25. Морозова Л.В., Лапшин А.Е., Дроздова И.А. Получение и исследование пористой алюмосиликатной керамики // Физика и химия стекла. 2008. Т. 34. № 4. С. 578–584.