

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор ИОНХ РАН

доктор химических наук

чл.-корр. РАН В.К. Иванов

«21» октября 2018 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им Н.С. Курнакова. Российской академии наук.

Диссертация «РАЗРАБОТКА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ОСНОВ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ ОКСИДОВ И ГИДРОКСИДА АЛЮМИНИЯ (БЕМИТА)» выполнена в лаборатории полупроводниковых и диэлектрических материалов ИОНХ РАН.

В период подготовки диссертации аспирант Семенов Евгений Алексеевич обучался в заочной аспирантуре федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им Н.С. Курнакова. Российской академии наук.

В 2007 г Семенов Е.А. окончил Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана по специальности «Инструментальные системы машиностроительных производств».

Семенов Е.А. 02.09.2013 г. поступил в заочную аспирантуру ИОНХ РАН со сроком обучения 4 года по 01.09.2017 г. Удостоверение о сдаче кандидатских экзаменов № 23/18 выдано 30 мая 2018 г. Федеральным государственным бюджетным учреждением науки Институтom общей и неорганической химии им Н.С. Курнакова Российской академии наук.

Научный руководитель:

Панасюк Георгий Павлович, доктор химических наук, профессор, главный научный сотрудник лаборатории полупроводниковых и диэлектрических

материалов федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им Н.С. Курнакова Российской академии наук.

По итогам обсуждения принято следующее заключение:

Выписка из протокола № 1

заседания расширенного коллоквиума лаборатории полупроводниковых и диэлектрических материалов федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им Н.С. Курнакова Российской академии наук.

от «31» октября 2018 г.

Присутствовали:

1. д.т.н., зав. лаб. полупроводниковых и диэлектрических материалов, председатель коллоквиума - Васильев Михаил Григорьевич;
2. д.х.н., гл.н.с., руководитель диссертационной работы - Панасюк Георгий Павлович;
3. к.х.н., ст.н.с., ученый секретарь диссертационного совета 002.021.02 Рюмин Михаил Александрович;
4. д.х.н., зав. лаб. термического анализа и калориметрии - Гавричев Константин Сергеевич;
5. д.х.н., зав. лаб. физических методов исследования строения и термодинамики неорганических соединений - Алиханян Андрей Сосович;
6. д.х.н., зав. лаб. физикохимии баротермических процессов Института металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН – Падалко Анатолий Георгиевич;
7. д.х.н., гл.н.с., чл.-корр. РАН - Изотов Александр Дмитриевич;
8. д.х.н., вед.н.с. Нипан Георгий Донатович;
9. д.х.н., гл.н.с. Кренев Владимир Александрович;
10. д.х.н., гл.н.с. Данилов Вячеслав Петрович;

11. к.х.н., ст.н.с. Белан Виктор Николаевич;
 12. к.х.н., ст.н.с. Азарова Лидия Алексеевна;
 13. к.х.н., ст.н.с. Тюрин Александр Владимирович;
 14. к.х.н., ст.н.с. Кольцова Татьяна Николаевна;
 15. к.х.н., ст.н.с. Пашкова Ольга Николаевна;
 16. к.т.н., ст.н.с. Шелякин Алексей Алексеевич;
 17. к.х.н., ст.н.с. Саныгин Владимир Петрович;
 18. к.х.н., ст.н.с. Ивакин Юрий Дмитриевич (химический факультет МГУ, кафедра физической химии, лаб. катализа и газовой электрохимии);
 19. к.х.н., ст.н.с. Козерожец Ирина Владимировна;
 20. к.х.н. гл.технолог Ворошилов Игорь Леонидович;
 21. м.н.с. Риль Алексей Игоревич;
 22. гл.технолог Изотова Валентина Олеговна.
- Всего присутствовало: 22 человека, из них 10 докторов наук.

ПОВЕСТКА ДНЯ

Предварительное рассмотрение диссертационной работы аспиранта лаборатории полупроводниковых и диэлектрических материалов Института общей и неорганической химии им Н.С. Курнакова Семенова Е.А. на тему: «Разработка физико-химических основ получения наноразмерных порошков оксидов и гидроксида алюминия (бемита)».

Работа выполнена в лаборатории полупроводниковых и диэлектрических материалов Института общей и неорганической химии им Н.С. Курнакова. Тема диссертационной работы Семенова Е.А. и научный руководитель: д.х.н., проф., гл.н.с. Панасюк Г.П. утверждены на заседании секции Ученого совета ИОНХ РАН «Синтез и изучение новых неорганических веществ и материалов» 7 ноября 2013 г. (протокол № 10).

СЛУШАЛИ:

Доклад Семенова Е.А. «Разработка физико-химических основ процессов получения наноразмерных порошков оксидов и гидроксида алюминия (бемита)», изложившего основное содержание своей диссертационной работы.

В обсуждении доклада приняли участие: д.т.н., зав. лаб. полупроводниковых и диэлектрических материалов Васильев М.Г.; д.х.н., зав. лаб. термического анализа и калориметрии Гавричев Константин Сергеевич; д.х.н., гл.н.с. Данилов Вячеслав Петрович; д.х.н., вед.н.с. Нипан Георгий Донатович; к.х.н., ст.н.с. Кольцова Татьяна Николаевна; д.х.н., зав. лаб. физикохимии баротермических процессов Института металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН – Падалко Анатолий Георгиевич; д.х.н., зав. лаб. физических методов исследования строения и термодинамики неорганических соединений - Алиханян Андрей Сосович.

По докладу были заданы следующие вопросы:

1. д.х.н., гл.н.с. Данилов Вячеслав Петрович.

- Каково применение наноразмерного бемита в современном производстве и промышленности?
- Известна ли равновесная фазовая диаграмма, иллюстрирующая наличие различных фаз бемита в зависимости от рН среды?
- Зачем обрабатывать $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ в кислой среде для получения наноразмерного порошка бемита? От каких именно примесей позволяет избавиться такая обработка?

2. д.х.н., вед.н.с. Нипан Георгий Донатович.

- Каков авторский вклад в выполненную работу?
- Вопрос к слайду 10, в течении какого времени проводился синтез?
- Вопрос к слайду 12, как осуществлялся РФА образцов. В каких именно случаях присутствуют пики бемита и байерита.
- В чем научная новизна данных по РФА?

3. к.х.н., ст.н.с. Кольцова Татьяна Николаевна.

- В представленных результатах РФА нет расшифровки пиков, не указаны hkl .
- В виде чего присутствуют примеси металлов?

4. д.х.н., зав. лаб. физикохимии баротермических процессов Института металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН – Падалко Анатолий Георгиевич.

- Желательно более подробно описать теплопроводность и пористость образцов. От чего зависит теплопроводность?
- Какова погрешность определения теплопроводности синтезируемых наноразмерных порошков оксидов и гидроксида алюминия и зависимость полученных результатов от вариации концентрации компонентов?
- Чем объясняется изменение значения площади удельной поверхности и пористости наноразмерных порошков оксидов и гидроксида алюминия при термической и гидротермальной обработке?

5. д.х.н., зав. лаб. термического анализа и калориметрии Гавричев Константин Сергеевич.

- Вопрос по слайду 2. При формулировании основных положений выносимых на защиту нужно сделать упор на физико-химические исследование синтезируемых образцов.
- Является ли стабильным наноразмерный $\gamma - Al_2O_3$?
- В каких автоклавах и при каких условиях шел гидротермальный синтез?
- Как соотносится средний размер частиц $\gamma - Al_2O_3$ и бемита определенный методом электронной микроскопии и рассчитанный методом Дебая-Шеррера?

- Вопрос по слайду 7. Каков размер синтезированных частиц бемита?
- Вопрос по слайду 9. Есть ли корреляция между размерами частиц γ – Al_2O_3 и шириной пиков по результатам РФА?
- Вопрос по слайду 16. Приведенные термограммы трудночитаемы за счет их небольшого размера. На каком приборе были проведены термоисследования? Каковы потери массы образцами?
- Вопрос по слайду 20. Согласно данным РФА рефлексы широкие. Укажите, пожалуйста, какой фазе они соответствуют?

6. д.х.н., зав. лаб. физических методов исследования строения и термодинамики неорганических соединений - Алиханян Андрей Сосович.

- Уточните пожалуйста цель данной работы?
- По положению 4, выносимому на защиту, уточните пожалуйста присутствует ли зависимость температуры и ΔH превращения AlOOH в γ – Al_2O_3 от размера кристаллов и их морфологии?

7. д.т.н., зав. лаб. полупроводниковых и диэлектрических материалов Васильев Михаил Григорьевич.

- Является ли разработанный метод получения наноразмерных порошков оксидов алюминия универсальным и были ли получены наноразмерные порошки других оксидов металлов?
- Чем определяется низкая температура фазового перехода наноразмерного порошка γ – Al_2O_3 в наноразмерный порошок α – Al_2O_3 ?

На вопросы были даны удовлетворяющие ответы, замечания были учтены.

ВЫСТУПИЛИ:

1. д.х.н., зав. лаб. Алиханян А.С.: работа является достаточной для приема к защите по специальности 02.00.04 – физическая химия. Однако, в положениях

выносимых на защиту необходимо сделать акцент на физико-химическую составляющую работы.

2. д.х.н., гл.н.с. Данилов В. П.: работа является достаточной для приема к защите. Однако, необходимо более детально скорректировать цель работы и положения выносимые на защиту в соответствии со специальностью.

3. д.х.н., зав. лаб. Гавричев К.С. работа является достаточной для приема к защите. Однако, следует усилить использование физико-химической терминологии докладчиком. По объему представленная работа соответствует уровню кандидатской диссертации.

4. д.т.н., зав. лаб. Васильев М. Г. работа является достаточной для приема к защите. Однако, более детально следует выделить выводы к работе.

ПОСТАНОВИЛИ:

Заслушав и обсудив диссертационную работу Семенова Е.А., принять следующее заключение.

ОЦЕНКА ВЫПОЛНЕННОЙ СОИСКАТЕЛЕМ РАБОТЫ

Диссертационная работа Семенова Е.А. посвящена разработке физико-химических основ процессов получения наноразмерных порошков оксидов и гидроксида алюминия (бемита) при гидротермальной и термической обработке синтезированного наноразмерного порошка $\gamma - Al_2O_3$.

Для достижения поставленной цели изучены термодинамика фазовых превращений наноразмерных порошков $\gamma - Al_2O_3 \rightarrow AlOOH$; $\gamma - Al_2O_3 \rightarrow \alpha - Al_2O_3$; $AlOOH \rightarrow \gamma - Al_2O_3 \rightarrow \alpha - Al_2O_3$; экспериментально определены термодинамические параметры фазовых превращений; разработан механизм, позволяющий описать фазовые превращения при гидротермальной обработке наноразмерных порошков оксидов и гидроксида алюминия (бемита).

Метод гидротермальной обработки наноразмерного порошка $\gamma - Al_2O_3$ был выбран на основании того, что в зависимости от рН среды, данный метод позволяет получать наноразмерный порошок бемита ($AlOOH$) различной

морфологии: изометрической, волокнистой и пластинчатой. Диссертантом была исследована кинетика превращения при гидротермальной обработке синтезированного $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{AlOOH}$ при температурах 150°C, 170°C и 200°C методом РФА и ИК – спектроскопии. Показано, что полученные кинетические кривые удовлетворительно аппроксимируются уравнением Ерофеева – Авраами. Определена энергия активации процесса, составляющая 84 кДж/моль, что указывает на сравнительную легкость образования частиц бемита (AlOOH). Методом ДСК исследован процесс превращения синтезированного наноразмерного порошка $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ в AlOOH при гидротермальной обработке при 150°C в 1,5 масс. % растворе HCl в течении разного промежутка времени. Определена энтальпия испарения воды в диапазоне температур 60-120°C и энтальпия превращения $\text{AlOOH} \rightarrow \gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ в диапазоне температур 450-600°C.

Понижение значения теплового эффекта превращения $\text{AlOOH} \rightarrow \gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ составляет 7 кДж/моль AlOOH , что объясняется в основном размером частиц AlOOH . Определена энтальпия испарения воды в диапазоне температур 60-120°C для наноразмерного порошка $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$, подвергнутых разному времени гидротермальной обработки в 1,5 масс. % растворе HCl при 150°C, которая составляет 8 кДж/моль H_2O , 16 кДж/моль H_2O , 22 кДж/моль H_2O , что указывает на наличие воды с низкой теплотой испарения. Выявлена роль воды с низкой теплотой испарения в процессе гидротермальной обработки наноразмерного порошка $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$. Физико-химическое исследование процесса превращения наноразмерного порошка $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{AlOOH}$ положено в основу технологической схемы получения исходного сырья для производства лейкосапфира методом Киропулоса, защищенной патентом.

Представленная диссертационная работа вносит существенный вклад в разработку физико-химических основ процессов получения наноразмерных порошков оксидов и гидроксида алюминия (бемита).

Актуальность работы

Соединения алюминия, такие как оксиды и гидроксиды, являются наиболее широко распространенными соединениями в природе. Оксиды и гидроксиды алюминия исторически широко используются в промышленности, являясь основой различных областей техники. В современных работах уделяется большое внимание разработке новых методов получения наноразмерных порошков оксидов и гидроксидов алюминия с заданными характеристиками, что позволяет расширять существующие и открывать новые области применения данных материалов. Так, наноразмерный порошок бемита (AlOOH) широко применяется в медицине: заживляющие повязки, антисептик, сорбент для поглощения вирусов и бактерий; в химической и нефтехимической промышленности: сорбент для извлечения ценных металлов из сточных вод промышленных предприятий, в качестве присадки к маслам, в производстве бетона, антипиренов и др. Наноразмерный порошок $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ широко применяется в производстве катализаторов, в качестве пластификатора, в качестве основного компонента для получения кристаллов YAG-лазеров, при выращивании искусственных драгоценных камней и др. Наноразмерный порошок $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ применяется для создания высокоплотной нанокерамики с низкой температурой спекания, прозрачной керамики, при создании подложек микросхем и др.

Развитие современной науки и техники в направлении исследования свойств наноразмерных порошков оксидов и гидроксидов алюминия позволяет открывать новые области применения данных материалов. Так, устойчивые суспензии наноразмерных порошков оксидов алюминия в различных жидкостях, называемые нанофлюидами, проявляют некоторые отличия в свойствах по сравнению с табличными значениями чистых жидкостей (например, теплопроводности, вязкости). В настоящее время рост интереса к исследованию теплоты испарения воды обусловлен экономической составляющей производств. Электронные приборы генерируют огромное количество тепла в окружающую среду, которое приводит к снижению производительности и срока службы оборудования, поэтому эффективное охлаждение тепловых потоков является

актуальной задачей современности. Обычные теплоносители, такие как вода, масла, гликоли и фторуглероды за счет своей низкой теплопроводности обладают ограниченной теплопередачей. Тогда как для нанофлюидов с различными наночастицами, в том числе и с наночастицами оксидов и гидроксидов алюминия, характерно изменение тепловых свойств и может наблюдаться уменьшение температуры и теплоты испарения воды. Однако в настоящее время данный параметр для нанофлюидов подбирается экспериментально вследствие отсутствия единой физико-химической модели, позволяющей описать механизм снижения значения теплоты испарения воды из нанофлюидов.

Изменение значения термодинамических функций, таких как уменьшение значения теплоты испарения воды и уменьшение значения теплового эффекта фазовых превращений, характерно не только для нанофлюидов, но и для твердых веществ в наноразмерном состоянии. В частности, это явление проявляется при фазовых превращениях при гидротермальной обработке наноразмерных порошков оксидов и гидроксида алюминия (бемита). Физико-химические основы процессов, определяющих получение наноразмерных материалов, представляют важнейшую научную проблему, решению которой в настоящее время посвящено большое число работ. Несмотря на большие успехи в данной области, к настоящему времени проблема не может считаться решенной и диссертационная работа предлагает новый подход к ее решению.

Диссертационная работа посвящена разработке физико-химических основ процессов получения наноразмерных порошков оксидов и оксигидроксида алюминия (бемита) при гидротермальной и термической обработке синтезированного наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Цель работы

Разработка физико-химических основ процессов получения наноразмерных порошков оксидов и оксигидроксида алюминия (бемита) при

гидротермальной и термической обработке синтезированного наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

1. Исследование взаимных превращений наноразмерных порошков $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \leftrightarrow \text{AlOOH}$ при гидротермальной и термической обработке и разработка на их основе оптимальных параметров процесса, позволяющего получать наноразмерные порошки оксидов и оксигидроксида алюминия ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlOOH (бемит)) с размером частиц в диапазоне 10-40 нм.

2. Исследование термодинамики фазовых превращений наноразмерного порошка AlOOH (бемита) в наноразмерный порошок $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ на разных этапах гидротермальной обработки исходного прекурсора методом ДСК. Выявление роли воды с низкой теплотой испарения в процессе гидротермальной обработки. Определение энтальпии превращения $\text{AlOOH} \rightarrow \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в диапазоне температур 450-600°C.

3. Исследование кинетики превращения при гидротермальной обработке синтезированного $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{AlOOH}$ при температурах 150°C, 170°C и 200°C. Определение энергии активации процесса.

4. Исследование механизма превращений наноразмерных порошков $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, AlOOH в $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ при термической обработке.

5. Физико – химическое исследование синтезированных наноразмерных порошков $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, AlOOH (бемит). Определение областей применения полученных материалов.

6. Разработка нового метода получения наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и определение его структурных и технологических свойств.

Научная новизна работы

В работе впервые:

1. Предложен механизм, позволяющий описать фазовые превращения при гидротермальной обработке наноразмерных порошков оксидов и гидроксида алюминия (бемита) и выявляющий роль воды с низким значением

теплоты испарения в процессе гидротермальной обработки наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

2. Исследован процесс превращения синтезированного наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в AlOOH при температуре гидротермальной обработки 150°C в 1,5 масс. % растворе HCl в течение разного промежутка времени.

3. Определено значение энтальпии превращения $\text{AlOOH} \rightarrow \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ методом ДСК в диапазоне температур $450\text{-}600^\circ\text{C}$. Показано, что понижение значения теплового эффекта превращения $\text{AlOOH} \rightarrow \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ от табличного составляет 7 кДж/моль AlOOH , что объясняется несовершенством структуры и размером частиц синтезированного бемита (AlOOH).

4. Определено значение энтальпии испарения воды методом ДСК в диапазоне температур $60\text{-}120^\circ\text{C}$ из смеси фаз $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{AlOOH}$, которое в зависимости от времени гидротермальной обработки $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ составляет 8 кДж/моль H_2O , 16 кДж/моль H_2O , 22 кДж/моль H_2O , что указывает на важную роль воды с низким значением теплоты испарения на начальных этапах гидротермальной обработки наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

5. Исследована кинетика превращения при гидротермальной обработке синтезированного $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{AlOOH}$ при температурах 150°C , 170°C и 200°C и определена энергия активации процесса, составляющая 84 кДж/моль.

6. Разработаны физико-химические основы нового метода получения наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, заключающиеся в смешении кипящего насыщенного раствора глюкозы с оксихлоридом алюминия и последующим прогревом продукта при температурах 350°C и 800°C до формирования наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

7. Обоснована возможность использования автоклавной обработки смеси наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (до 1 масс. %) и коммерческого гидраргиллита марки МДГА ($\text{Al}(\text{OH})_3$) с последующей термической обработкой до 1700°C для получения керамического прекурсора с плотностью $3,45\text{ г/см}^3$ для синтеза лейкосапфира.

Положения, выносимые на защиту:

1. Механизм фазовых превращений при гидротермальной обработке наноразмерных порошков оксидов и гидроксида алюминия (бемита) и роль воды с низким значением теплоты испарения в процессе гидротермальной обработки наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

2. Результаты исследования процесса превращения синтезированного наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в AlOOH при гидротермальной обработке в среде с различным значением рН среды.

3. Результаты исследования процесса превращения синтезированного наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в AlOOH при температуре гидротермальной обработки 150°C в 1,5 масс. % растворе HCl в течение разного промежутка времени. Определение значения энтальпии превращения $\text{AlOOH} \rightarrow \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ при термической обработке в диапазоне температур $450\text{-}600^\circ\text{C}$ и значения энтальпии испарения воды в диапазоне температур $60\text{-}120^\circ\text{C}$ из смеси фаз $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{AlOOH}$ методом ДСК.

4. Результаты исследования кинетики превращения при гидротермальной обработке синтезированного $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{AlOOH}$ при температурах 150°C , 170°C и 200°C . Определение энергии активации процесса.

5. Разработка физико-химических основ нового метода получения наноразмерных порошков оксидов алюминия и бемита ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlOOH) с заданными свойствами: размер частиц в диапазоне 10-40 нм, низкая теплопроводность, низкая насыпная плотность, высокая площадь удельной поверхности и пористость.

6. Разработка областей применения синтезированных наноразмерных порошков оксидов алюминия и бемита ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlOOH).

Практическая ценность:

1. Разработан механизм фазовых превращений при гидротермальной обработке наноразмерных порошков оксидов и оксигидроксида алюминия (бемита) и выявлена роль воды с низким значением теплоты испарения в

процессе гидротермальной обработки наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, что имеет важное практическое значение при создании новых алюмооксидных материалов.

2. Разработаны физико-химические основы нового метода получения наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, который может быть использован для создания теплоизолирующих строительных панелей, новых огнеупорных материалов, тепло и огнезащитной одежды, для теплоизоляции трубопроводов, в качестве прекурсора для получения наноразмерных порошков AlOOH (бемита) и $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и др. Получен патент РФ «Способ получения наполнителей для строительных материалов» номер RU 2625388.

3. Разработаны физико-химические основы нового метода получения наноразмерного порошка AlOOH (бемита), который может быть использован в решении важнейших современных задач: водоочистка (создание фильтров для очистки питьевой и технической воды, удаление тяжелых металлов из бытовых и промышленных стоков); медицина (удаление, выделение и концентрация вирусов, создание заживляющих повязок); химическая промышленность (в производстве бетона, антипиренов, лакокрасочных и декоративных материалов, как наполнитель в пластмассах, бумаге, композиционных материалах, в качестве катализаторов и носителей) и др.

4. Обоснована возможность использования автоклавной обработки смеси наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (до 1 масс. %) и коммерческого гидраргиллита марки МДГА ($\text{Al}(\text{OH})_3$) с последующей термической обработкой до 1700°C для получения керамического прекурсора с плотностью $3,45 \text{ г/см}^3$ для синтеза лейкосапфира. Получен патент РФ «Способ получения керамического прекурсора для синтеза лейкосапфира» номер RU 2622133.

Личный вклад автора. В основу диссертации положены результаты научных исследований, выполненные непосредственно автором за время учебы в заочной аспирантуре в период 2013-2018 гг. в лаборатории

полупроводниковых и диэлектрических материалов Института общей и неорганической химии им Н.С. Курнакова (ИОНХ РАН).

Личный вклад диссертанта заключался в планировании и проведении эксперимента, подготовке, изучении характеристик и свойств образцов, обработке полученных результатов, их интерпретации, написании статей и диссертации.

Специальность, которой соответствует диссертация:

Диссертация Семенова Е.А. соответствует паспорту специальности 02.00.04 – физическая химия в следующих пунктах:

2. экспериментальное определение термодинамических свойств веществ, расчет термодинамических функций простых и сложных систем, в том числе на основе методов статистической термодинамики, изучение термодинамики фазовых превращений и фазовых переходов;

7. макрокинетика, механизмы сложных химических процессов, физикохимическая гидродинамика, растворение и кристаллизация;

11. физико-химические основы процессов химической технологии.

Автореферат отражает основное содержание диссертации.

Основные положения диссертации получили полное отражение в 9 научных статьях в российских рецензируемых журналах, рекомендованных к публикации согласно перечню ВАК, 2 патентах РФ, и 10 тезисах докладов на международных российских конференциях.

Публикации по теме диссертации:

1. Панасюк Г.П., Козерожец И.В., Ворошилов И.Л., Белан В.Н., Семенов Е.А., Лучков И.В. Термодинамические свойства и роль воды в дисперсных оксидах в процессе превращения прекурсор-бемит на примере гидроксида и оксида алюминия в гидротермальных условиях в различных средах // Журнал физической химии. - 2015. - Т. 89. - № 4. - С. 605-610.
2. Панасюк Г.П., Азарова Л.А., Белан В.Н., Семенов Е.А., Данчевская М.Н., Ворошилов И.Л., Козерожец И.В., Першиков С.А., Харатьян С.Ю. Методы

- получения оксида алюминия высокой степени чистоты для выращивания кристаллов лейкосапфира // Химическая технология. - 2017. - №9. - С. 393-400.
3. Панасюк Г.П., Азарова Л.А., Белан В.Н., Семенов Е.А., Данчевская М.Н., Ворошилов И.Л., Козерожец И.В., Першиков С.А.. Получение порошков мелкокристаллического корунда с заданными свойствами. Управление размером и формой кристаллов при автоклавном получении мелкокристаллического корунда // Химическая технология. - 2017. - №12. - Т. 18. - С. 534 – 539.
 4. Panasyuk G.P., Kozerozhets I.V., Semenov E. A., Azarova L. A., Belan V. N., Danchevskaya M. N. A new method for producing nanosized γ -Al₂O₃ powder // Russian journal of inorganic chemistry. - 2018. - V. 63. - № 10. - P.1303-1308 DOI: 10.1134/S0036023618100157
 5. Panasyuk G.P., Semenov E.A., Kozerozhets I.V., Yorov Kh. E., Azarova L. A., Khol'kin A. I. A new method of synthesis of nanosized metal oxide powders // Doklady chemistry. - 2018. - V. 482. - №1. - P.201-203. DOI: 10.1134/S0012500818090033
 6. Panasyuk G. P., Semenov E. A., Kozerozhets I. V., Azarova L. A., Belan V. N., Danchevskaya M. N., Nikifirova G. E., Voroshilov I. L., Pershikov S. A. A new method of synthesis of nanosized boehmite (AlOOH) powders with a low impurity content // Doklady Chemistry. - 2018. - V. 483. - P. 272–274.
 7. Г.П. Панасюк, Е.А. Семенов, И.В. Козерожец, Л.А. Азарова, В.Н. Белан, М.Н. Данчевская Получение наноразмерных порошков оксидов алюминия, магния и цинка. Химическая технология. 2018. №10. С. 441 – 447.
 8. Панасюк Г. П., Семенов Е. А., Козерожец И. В., Данчевская М. Н., Ворошилов И. Л., Белан В. Н.. Взаимная ориентация кристаллитов в процессе формирования корунда в сверхкритическом водном флюиде // Химическая технология. - 2018. - № 14. - P. 656–658. DOI:10.31044/1684-5811-2018-19-14-656-658

9. Г. П. Панасюк, Е. А. Семенов, И. В. Козерожец, Л. А. Азарова, А. Н. Аронов, И. Л. Ворошилов. Модель процесса формирования частицы бемита из поликристаллического прекурсора в гидротермальных условиях Химическая технология. - 2018. - № 14. - Р. 694–696. DOI: 10.31044/1684-5811-2018-19-14-694-696
10. Патент 2625388 Российская Федерация. 13.07.2017. Способ получения наполнителей для строительных материалов. Панасюк Г.П., Семенов Е.А., Козерожец И.В., Азарова Л.А., Ворошилов И.Л., Белан В.Н., Першиков С.А.
http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet?DB=RUPAT&DocNumber=2625388&TypeFile=html
11. Патент 2622133 Российская Федерация. Способ получения керамического прекурсора для синтеза лейкосапфира. Панасюк Г.П., Семенов Е.А., Козерожец И.В., Азарова Л.А., Ворошилов И.Л., Белан В.Н., Першиков С.А.
http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet?DB=RUPAT&DocNumber=2622133&TypeFile=html

Коллоквиум рекомендует в качестве оппонентов настоящей диссертационной работы:

д.х.н., проф., Ягодовский Виктор Дмитриевич, Российский университет дружбы народов (РУДН);

к.т.н., с.н.с., Ивакин Юрий Дмитриевич Московский Государственный Университет им. М.В.Ломоносова (МГУ).

Коллоквиум рекомендует в качестве ведущей организации Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук (ГЕОХИ РАН).

ПОСТАНОВИЛИ:

Диссертация Семенова Евгения Алексеевича: «Разработка физико-химических основ получения наноразмерных порошков оксидов и гидроксида

алюминия (бемита)», представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.04 – физическая химия, полностью соответствует п.9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. №842 (с изменениями на 2016 г.), соответствует паспорту специальности и рекомендуется к защите на Диссертационном совете 002.021.02.

Заключение принято на заседании расширенного коллоквиума лаборатории полупроводниковых и диэлектрических материалов Института общей и неорганической химии им Н.С. Курнакова, состоявшегося «31» октября 2018 года.

Присутствовали на заседании 22 человека. Результаты голосования: «За» - 22 человека, «Против» - 0 человек, воздержались - 0 человек, протокол № 1 от «31» октября 2018 года.

Председатель коллоквиума
доктор технических наук
зав. лаб. полупроводниковых и
диэлектрических материалов



Васильев М.Г.

Секретарь коллоквиума
гл.технолог



Изотова В.О.