

УДК 544.77.022.823:546.62–31

ВЛИЯНИЕ ПРЕКУРСОРА НА ПОЛУЧЕНИЕ И ТЕКСТУРНЫЕ СВОЙСТВА МЕЗОПОРИСТЫХ ПОРОШКОВ γ - Al_2O_3

© 2020 г. Л. В. Морозова¹*, Т. В. Хамова¹, И. Г. Полякова¹

¹Институт химии силикатов им. И.В. Гребенщикова Российской академии наук, наб. Макарова, 2, Санкт-Петербург, 199034 Россия

*e-mail: morozova_l_v@mail.ru

Поступила в редакцию 20.06.2019 г.

После доработки 07.09.2019 г.

Принята к публикации 17.09.2019 г.

Исследованы процессы формирования нанокристаллического γ - Al_2O_3 из различных прекурсоров (гидроксида алюминия, изопропилата алюминия, нитрата алюминия). Синтезированы мезопористые порошки γ - Al_2O_3 при температурах 500 и 600°C. Методами низкотемпературной адсорбции азота и рентгенофазового анализа исследованы текстурные свойства порошков (площадь удельной поверхности, средний размер кристаллитов, объем и форма пор, распределение пор по размерам). Установлено влияние прекурсора на текстурные свойства γ - Al_2O_3 . Показана возможность получения γ - Al_2O_3 с мономодальным распределением пор по размерам (2.5–4.5 и 4.5–8.0 нм в зависимости от прекурсора) и объемом пор $\sim 0.550 \text{ см}^3/\text{г}$. На основании полученных экспериментальных результатов можно констатировать, что полученные порошки γ - Al_2O_3 по текстурным характеристикам как носители катализаторов не уступают зарубежным аналогам.

Ключевые слова: прекурсоры, γ - Al_2O_3 , низкотемпературная адсорбция азота, нанокристаллиты, мезопоры

DOI: 10.31857/S0002337X20030136

ВВЕДЕНИЕ

Стратегия развития российских нефтеперерабатывающих предприятий направлена на политику импортозамещения, в частности на замену дорогостоящих импортных катализаторов продукцией отечественного производства. На сегодняшний день актуальны исследования в области создания каталитических систем для каталитического риформинга, который является основным процессом нефтепереработки при получении высококачественных бензинов и легких ароматических углеводородов [1, 2].

Катализаторы риформинга – это сложные системы, состоящие из активного вещества (металлы Pt, Re) и носителя, который является базовым компонентом всей каталитической системы. Важным критерием при выборе материала для носителя катализатора является возможность сформировать в нем пористую структуру с заданными параметрами (площадь удельной поверхности $> 100 \text{ м}^2/\text{г}$, наличие мезопор, объем которых более $0.30 \text{ см}^3/\text{г}$, и мономодальное распределение пор по размерам), которая будет оказывать существенное влияние на дисперсность и распределение активного вещества на поверхности и в объеме

носителя. Наиболее часто в качестве носителя катализатора для процесса риформинга нефтепродуктов используют нанодисперсный мезопористый γ - Al_2O_3 [3–5]. Поскольку условия существования и текстурные свойства метастабильных структур оксида алюминия закладываются в процессе синтеза, разработка эффективных методов получения γ - Al_2O_3 с регулируемой мезопористой структурой (размер пор 2–50 нм) является актуальной задачей [6, 7].

В настоящее время современные технологические разработки делают акцент на использование низкотемпературных (200–800°C) методов синтеза порошков в наноразмерном диапазоне частиц (~ 10 –30 нм). Для получения нанокристаллического γ - Al_2O_3 часто используют метод химического осаждения гидроксида алюминия, из которого при термическом разложении образуется γ - Al_2O_3 [7, 8]; метод жидкофазного гидролиза солей и алколюлятов алюминия с последующей термообработкой прекурсоров [9]; а также гидротермальный синтез [10, 11]. Первый и второй методы синтеза не требуют дорогостоящего оборудования, высоких энергетических затрат и позволяют получать конечный продукт в достаточно больших ко-

личествах. Метод гидротермального синтеза достаточно эффективен при получении различных модификаций оксида алюминия в высокодисперсном состоянии, но для его осуществления необходимо сложное печное оборудование, а количество синтезируемого вещества незначительно.

Цель работы – исследование влияния прекурсоров оксида алюминия на синтез и текстурные свойства порошков γ - Al_2O_3 .

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Методы исследования. Седиментационный анализ (лазерный анализатор Horiba LB-550) применяли для измерения размеров агломератов частиц в порошках (D). Погрешность измерения D составляла от 10 до 30 нм в зависимости от дисперсности порошков.

Рентгенофазовый анализ (**РФА**, дифрактометр ДРОН-3, $\text{CuK}\alpha$ -излучение) использовали для определения кристаллической структуры порошков. Расшифровку дифрактограмм осуществляли с помощью международной базы данных PDF-2. По формуле Селякова–Шеррера рассчитан средний размер кристаллитов [12, 13]. При расчете величины погрешности размеров кристаллитов учитывалась точность юстировки дифрактометра, точность определения интенсивности и полуширины дифракционных линий. Погрешность вычисления составляла ± 1.5 – 3.0 нм в зависимости от величины среднего размера кристаллитов.

Метод электронной микроскопии (электронный микроскоп ЭМ-125 с $U_{\text{уск}} = 75$ кВ) использовали для исследования степени агломерации прекурсоров. Исследуемые порошки перед просмотром фиксировали на опорной сетке с помощью коллоидной пленки.

Метод низкотемпературной адсорбции азота (анализаторы сорбции газа Quanta Chrome Nova 1200В и QuantaChrome Nova 4200е) применяли для исследования текстурных свойств порошков. Перед измерениями образцы дегазировали в сушильном отделении при 40°C в течение 5 ч. На основании полученных данных была рассчитана площадь удельной поверхности ($S_{\text{уд}}$) образцов с использованием многоточечного метода БЭТ. Относительная погрешность определения $S_{\text{уд}}$ составляла 4%. Удельный объем пор определяли по предельному заполнению ($p/p_0 = 0.99$), относительная погрешность при этом составляла 6%. Расчет порометрического объема и распределения пор по размерам в порошках осуществляли по десорбционной ветви изотермы по методу Баррета–Джойнера–Халенды (ВЖН). Тип поровой структуры и форма пор порошков были

определены путем анализа вида полученных для них изотерм адсорбции–десорбции и формы пельт капиллярно-конденсационного гистерезиса согласно международной классификации ИЮПАК [14].

Термогравиметрический анализ (ТГА, дериватограф Q-1000 фирмы MOM) проводили в политермическом режиме (нагрев на воздухе до 900°C со скоростью $10^\circ\text{C}/\text{мин}$) для изучения процессов термолиза порошков-прекурсоров.

Термическую обработку для получения порошков с заданной кристаллической структурой выполняли на воздухе в интервале температур 100 – 800°C (электрическая печь фирмы Naberterm).

Синтез прекурсоров оксида алюминия. В качестве прекурсоров для синтеза порошков γ - Al_2O_3 были выбраны гидроксид алюминия ($\text{Al}(\text{OH})_3$), изопропилат алюминия ($\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$) и азотнокислый алюминий ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), которые готовили следующим образом:

1. *Гидроксид алюминия – $\text{Al}(\text{OH})_3$.* Из соли $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (квалификация “ч. д. а.”) был приготовлен разбавленный раствор азотнокислого алюминия с концентрацией 0.1 М, из которого путем вливания раствора NH_4OH (~ 1 М) со скоростью 1–2 мл/мин осуществляли осаждение гидроксида алюминия. Значение pH в реакционном сосуде поддерживалось на уровне 9.0–9.5 с помощью раствора NH_4Cl , чтобы избежать растворения уже образовавшегося $\text{Al}(\text{OH})_3$. Процесс осаждения проводили при температуре 0 – 2°C для уменьшения степени агломерации осаждаемого гидроксида. Гелеобразный осадок, полученный после вакуумной фильтрации, высушивали при 100°C и получали $\text{Al}(\text{OH})_3$, который был идентифицирован методом РФА.

2. *Изопропилат алюминия – $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$.* Жидкофазный гидролиз изопропилата алюминия (“ч. д. а.”) проводили на установке, состоявшей из стеклянного сосуда, снабженного механической мешалкой, и системы обогрева. $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$ загружали в реактор и разогревали его до температуры 100 – 110°C , затем при интенсивном перемешивании добавляли раствор изопропилового спирта в $\text{H}_2\text{O}_{\text{дист}}$ с концентрацией 50 мас. %. Выделившуюся твердую фазу сушили при 120°C .

3. *Нитрат алюминия – $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.* Готовили насыщенный раствор нитрата алюминия из $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (“ч. д. а.”) с учетом предельной растворимости данной соли в 100 г дистиллированной воды при 60°C [15], который нагревали на водяной бане при 100°C в течение ~ 1.5 ч до достижения гелеобразной консистенции раствора. Полученный гидрогель охлаждали при 0 – 2°C (на

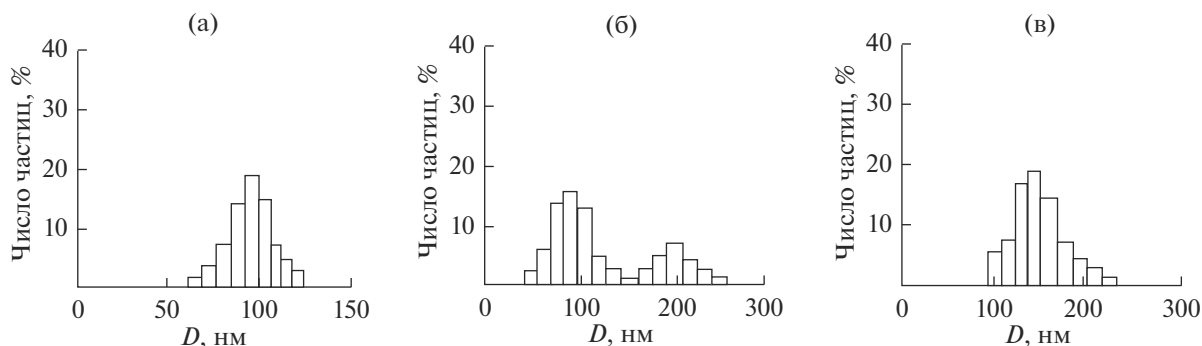


Рис. 1. Распределение агломерированных частиц по размерам в прекурсорах оксида алюминия после УЗ-обработки: а – $\text{Al}(\text{OH})_3$, б – $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$, в – $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

льду), в результате чего происходило образование кристаллогидрата $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, который затем термообработывали при 75°C , что способствовало его частичной дегидратации и получению $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [9, 15]. Перекристаллизация нитрата алюминия является наиболее простым методом очистки б-водного нитрата алюминия, что экспериментально установлено автором работы [9].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Методом электронной микроскопии проведена оценка размеров агломератов частиц в полученных прекурсорах. Установлено, что агломераты в $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$ и $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ имеют размер от 0,3 до 2 мкм. Для снижения степени агломерации свежеприготовленные прекурсоры были подвергнуты ультразвуковой (УЗ) обработке в течение 30 мин (УЗ-ванна “Сапфир”, частота 35 кГц) в дистиллированной воде [16]. При увеличении времени воздействия ультразвука на прекурсоры до 45 мин зафиксировано очень незначительное уменьшение степени их агломерации по сравнению с 30-минутной УЗ-обработкой, поэтому в данном случае 30 мин – оптимальное время УЗ-воздействия на прекурсоры.

Дисперсность порошков–прекурсоров Al_2O_3 после УЗ-обработки определяли методом седиментационного анализа (рис. 1). Для $\text{Al}(\text{OH})_3$ характерно достаточно узкое мономодальное распределение агломерированных частиц по размерам (60–130 нм), тогда как в $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$ зафиксировано бимодальное распределение агломератов (50–140 и 140–260 нм). В $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ так же как и в гидроксиде алюминия, установлено мономодальное распределение агломерированных частиц по размерам (100–230 нм), но более широкое, чем в $\text{Al}(\text{OH})_3$. Различие в дисперсности

прекурсоров, вероятно, связано с количественным содержанием в них водного компонента, что согласуется с результатами исследования термического разложения $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$ и $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ методом ТГА (рис. 2). На кривой ТГА гидроксида алюминия (рис. 2а) фиксируется меньшая потеря массы образца, чем в случае изопропилата алюминия и нитрата алюминия, а эндотермический эффект на кривой ДТА $\text{Al}(\text{OH})_3$, соответствующий процессу дегидратации (удаление адсорбционной и химически связанной H_2O), менее глубокий, чем для $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$ и $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (рис. 2б, 2в). На кривой ДТА на рис. 2в не регистрируется экзотермический эффект, соответствующий выделению оксидов азота при разложении нитрата алюминия, поскольку процессы дегидратации и разложения $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ протекают одновременно в интервале температур 100–320°C [15]. Экзотермические эффекты на кривых ДТА (450, 590 и 475°C) соответствуют процессу кристаллизации $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Следует отметить, что при нагревании изопропилата алюминия на кривой ДТА (рис. 2б) при температуре 535°C первоначально фиксируется экзотермический эффект, характеризующий выделение оксидов углерода (CO и CO_2) в результате термического разложения $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$ [17], что вызывает дополнительное диспергирование $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, который образуется при температуре 590°C.

По данным РФА, на дифрактограммах порошков, полученных из различных прекурсоров оксида алюминия, регистрируется одинаковая совокупность максимумов, соответствующих $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (рис. 3). Температуры образования $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ из $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$ и $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ приведены в табл. 1. Средний размер кристаллитов порошков $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ не превышает 9 нм (см. табл. 2).

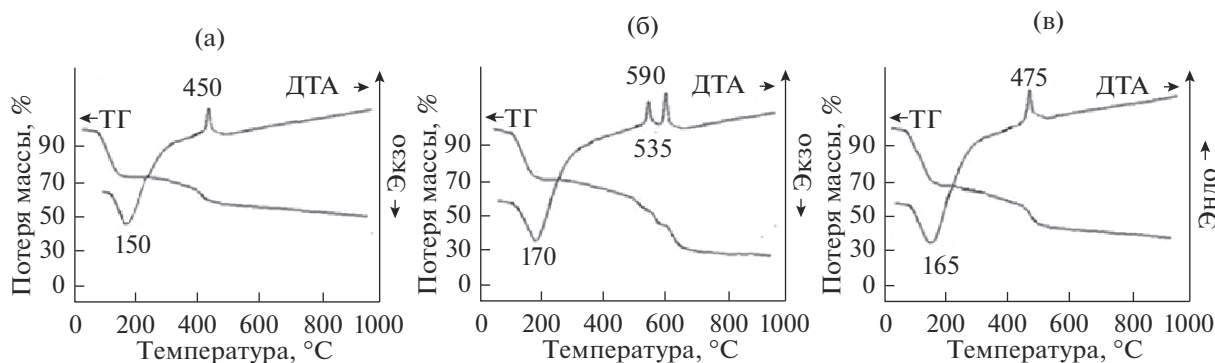


Рис. 2. Результаты термического анализа прекурсоров оксида алюминия: а – $\text{Al}(\text{OH})_3$, б – $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$, в – $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Параметр элементарной ячейки a синтезированных порошков $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ вычисляли по наиболее интенсивному дифракционному максимуму 400 и соответствующему значению межплоскостного расстояния d_{400} (табл. 1). Значения a и d для всех порошков $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ соответствуют данным, приведенным в базе PDF-2.

Текстурные свойства синтезированных порошков оценивали с помощью метода низкотемпературной адсорбции азота, проведен сравнительный анализ изотерм адсорбции–десорбции $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, а также распределения пор по размерам. О характере пористой структуры $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, синтезированного из прекурсоров $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$ и $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, можно судить по типу петли гистерезиса на изотермах низкотемпературной адсорбции–десорбции азота, представленных на рис. 4. Форма изотерм для всех порошков $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ соответствует IV типу (по классификации ИЮПАК) – изотермы с четко выраженной капиллярной конденсацией, что характерно для мезопористых материалов с размером пор от 2 до 50 нм [18]. Взаим-

освязь профиля гистерезиса и вида пористой структуры мезопористых веществ описана в работе [14] (рис. 5). Текстурные свойства порошков приведены в табл. 2.

Порошок $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, полученный из гидроксида алюминия, обладает площадью удельной поверхности $302 \text{ м}^2/\text{г}$, объемом пор $0.568 \text{ см}^3/\text{г}$. Профиль гистерезиса изотерм низкотемпературной адсорбции–десорбции азота для $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (рис. 4а) совпадает с классическим типом $H3$ (рис. 5), который соответствует наличию щелевидных пор, сформированных параллельными пластинчатыми кристаллитами оксида алюминия и открытых со всех сторон [18]. Пористая структура $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ характеризуется узким и мономодальным распределением пор по размерам с единственным узким максимумом в диапазоне 2.5–4.5 нм, что свидетельствует об однородности мезопор данного порошка (рис. 6а).

Из $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$ также получен высокодисперсный мезопористый порошок $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ($S_{\text{уд}} = 284 \text{ м}^2/\text{г}$, $V_{\text{пор}} = 0.532 \text{ см}^3/\text{г}$), существенных отличий в величинах площади удельной поверхности, объема и размера пор по сравнению с $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, синтезированным из $\text{Al}(\text{OH})_3$, не наблюдается. Профиль петли гистерезиса на изотермах низкотемпературной адсорбции–десорбции азота (рис. 4б) эквивалентен цилиндрическим (или трубчатым) порам с открытыми концами (тип $H1$) (рис. 5), при этом наблюдается достаточно узкое мономодальное распределение пор по размерам в диапазоне 4.5–8.0 нм (рис. 6б).

Для $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, синтезированного из нитрата алюминия, тип изотермы адсорбции–десорбции (рис. 4в) также соответствует мезопористому веществу. Наблюдаемое уширение петли гистерезиса в области средних и высоких относительных давлений (p/p_0) указывает на образование пор

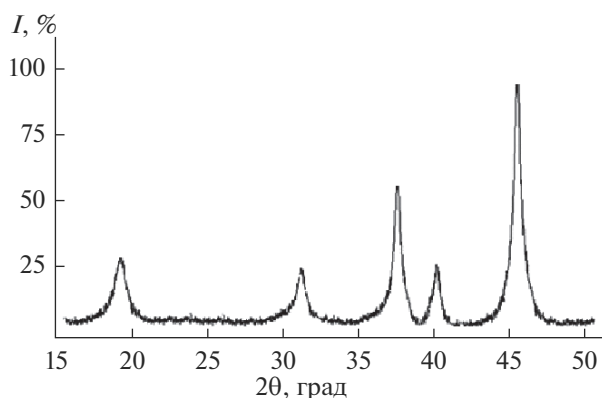


Рис. 3. Дифрактограмма порошков $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, полученных из синтезированных прекурсоров.

Таблица 1. Параметры элементарной ячейки $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, синтезированного из различных прекурсоров

Прекурсор	Температура образования $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, °С	d_{400} , Å	a , Å	V , Å ³
Al(OH) ₃	450	1.9791	7.9164	496.1
Al[(CH ₃) ₂ CHO] ₃	590	1.9785	7.9140	495.7
Al(NO ₃) ₃ · 6H ₂ O	475	1.9793	7.9192	496.3

Таблица 2. Текстульные свойства порошков $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, полученных из различных прекурсоров

Прекурсор	Температура обжига прекурсора*, °С	Площадь удельной поверхности, м ² /г	Средний размер кристаллитов, нм	Объем пор, см ³ /г	Размер пор, нм	Форма пор
Al(OH) ₃	500	302	7.5	0.568	2.5–4.5	Щелевидные
Al[(CH ₃) ₂ CHO] ₃	600	284	7.5	0.532	4.5–8.0	Цилиндрические
Al(NO ₃) ₃ · 6H ₂ O	500	201	9	0.432	7.0–9.8 9.8–32.5	Бутылкообразные

* Температура обжига выбрана с учетом результатов ДТА (рис. 2).

большого диаметра по сравнению с предыдущими случаями. Профиль петли гистерезиса в данном случае согласуется с профилем, характерным для бутылкообразных пор (рис. 5) (тип *H2*). Мезористая структура $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ характеризуется наличием двух совмещенных максимумов на кривой распределения пор по размерам (рис. 6в), что свидетельствует о бимодальном распределении (7.0–9.8 и 9.8–32.5 нм).

Мезопористый $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ с бутылкообразными порами не подходит для использования в качестве носителя катализатора из-за невозможности достижения равномерного распределения активной фазы в носителе, поскольку доступность таких пор для диффундирующих молекул катализатора будет

затруднена. В связи с этим была предпринята попытка изменить размер и форму пор $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Для этого синтезированный порошок подвергали УЗ-воздействию в течение 15 мин, а затем исследовали методом БЭТ (рис. 7). Зафиксирована трансформация петли гистерезиса на изотермах низкотемпературной адсорбции–десорбции азота от *H2* к *H1* (ср. рис. 7а и 4в), поэтому можно предположить, что происходит разрушение бутылкообразных пор в $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и образование цилиндрических пор, при этом увеличивается площадь удельной поверхности (201 → 255 м²/г) и объем пор (0.432 → 0.510 см³/г), а распределение пор по размерам становится мономодальным, хотя и является достаточно широким (4–20 нм) (рис. 7б).

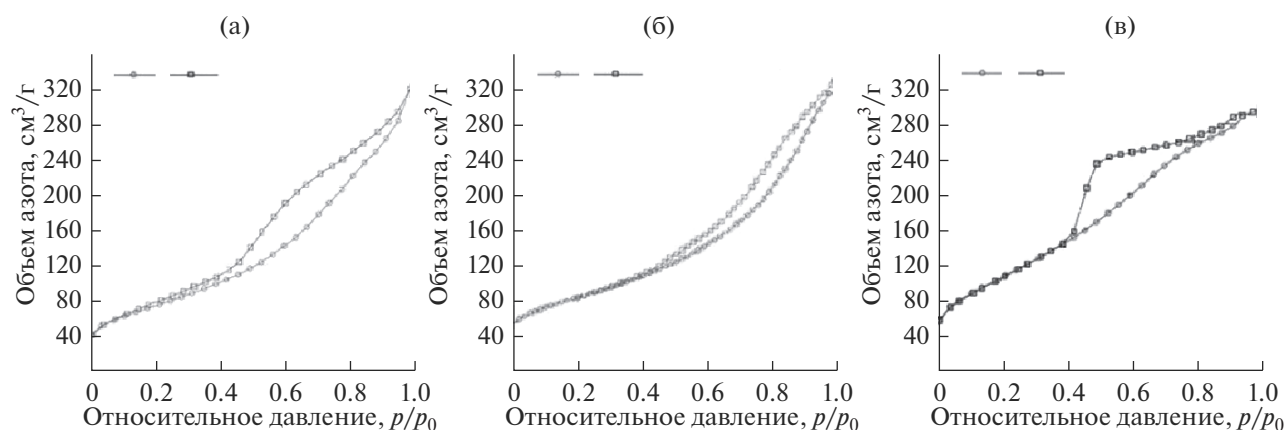


Рис. 4. Изотермы низкотемпературной адсорбции–десорбции азота порошков $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, полученных из различных прекурсоров: а – Al(OH)₃, б – Al[(CH₃)₂CHO]₃, в – Al(NO₃)₃ · 6H₂O.

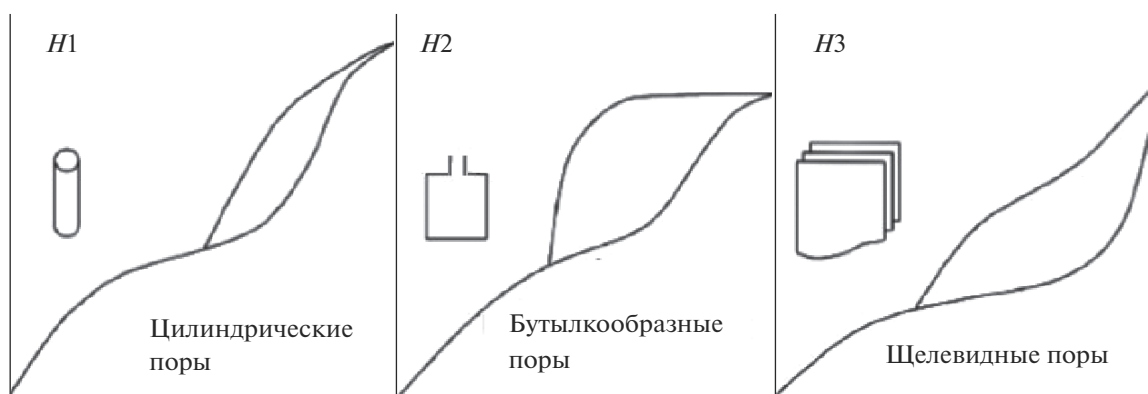


Рис. 5. Классификация пористой структуры веществ в зависимости от профиля гистерезиса изотерм низкотемпературной адсорбции–десорбции азота [14, 18].

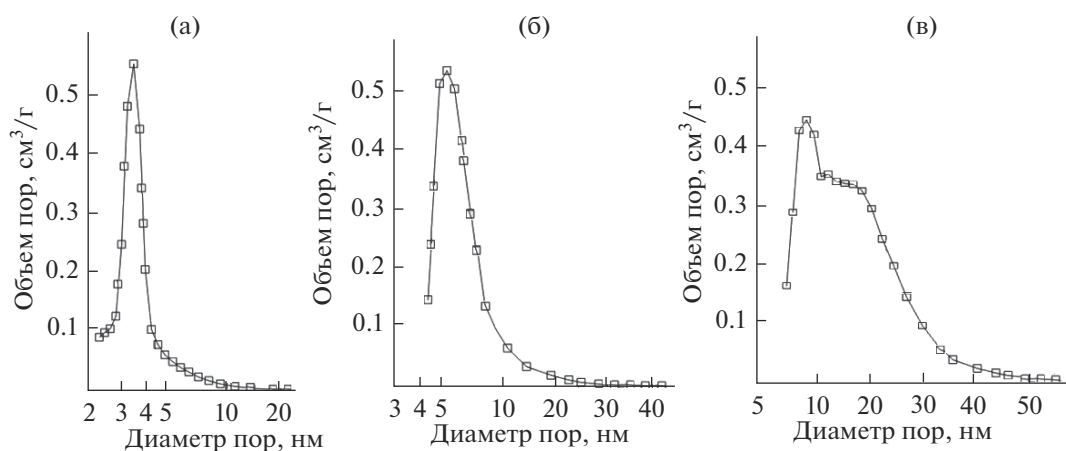


Рис. 6. Кривые распределения пор по размерам в порошках γ - Al_2O_3 , полученных из различных прекурсоров: а – $\text{Al}(\text{OH})_3$, б – $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$, в – $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

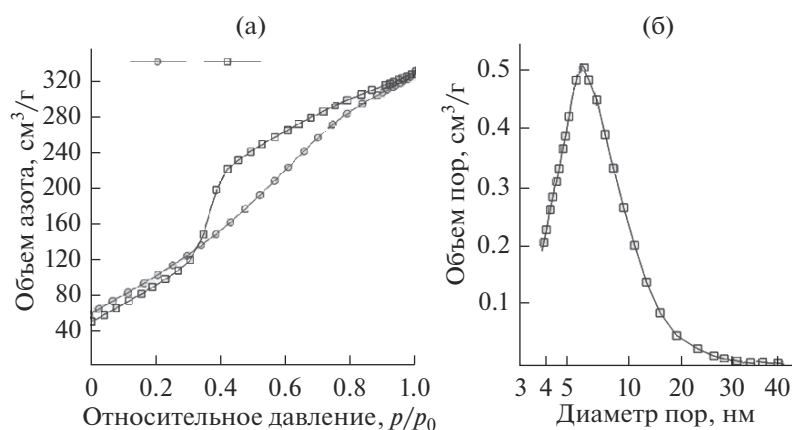


Рис. 7. Изотермы низкотемпературной адсорбции–десорбции (а) и кривая распределения пор по размерам (б) для порошка γ - Al_2O_3 , синтезированного из $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, после УЗ-обработки в течение 15 мин.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложены способы жидкофазного синтеза нано-кристаллического γ - Al_2O_3 из различных прекурсоров ($\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Al}[(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_3$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), которые являются достаточно простыми и не требуют больших энергетических затрат. Установлено влияние природы прекурсора на размер и форму пор порошков γ - Al_2O_3 . Получены мезопористые порошки γ - Al_2O_3 с площадью удельной поверхности 280–300 м²/г, объемом пор ~0.550 см³/г и узким распределением пор по размерам (2.5–4.5 и 4.5–8.0 нм). Наиболее высокими текстурными характеристиками обладает γ - Al_2O_3 , синтезированный из гидроксида алюминия.

Полученные мезопористые порошки γ - Al_2O_3 можно рекомендовать в качестве носителей катализаторов для процесса риформинга нефтепродуктов, так как их мезопористая структура способна обеспечить тонкое диспергирование частиц металлов (Pt, Re), что замедлит процесс спекания активной фазы в процессе эксплуатации и будет способствовать повышению потенциальных возможностей каталитической системы в целом.

БЛАГОДАРНОСТЬ

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.

Авторы благодарят И.А. Дроздову за проведение электронно-микроскопических исследований прекурсора оксида алюминия.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Колесников И.М. Катализ и производство катализаторов. М.: Техника, 2004. 400 с.
2. Алиев Р.Р. Катализаторы и процессы переработки нефти. М.: Химия, 2010.
3. Busca G. Structural, Surface, and Catalytic Properties of Aluminas // *Adv. Catal.* 2014. V. 57. P. 319–404. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-800127-1.00003-5>
4. Трегубенко В.Ю., Удрас И.Е., Белый А.С. Исследование закономерностей синтеза носителей катализатора риформинга // *Кинетика и катализ.* 2009. Т. 50. № 6. С. 914–915.
5. Трегубенко В.Ю., Удрас И.Е., Дроздов В.А., Белый А.С. Изучение влияния условий приготовления γ -оксида алюминия в качестве носителя катализаторов риформинга на его физико-химические свойства // *Журн. физ. химии.* 2009. Т. 83. № 12. С. 2238–2243.
6. Лыгин В.И. Изменение поверхности оксида алюминия в зависимости от фазового состава, термической обработки и адсорбции молекул // *Журн. физ. химии.* 2004. Т. 78. № 8. С. 1469–1474.
7. Волкова Г.И., Иванов В.Г., Кухаренко О.А. Влияние условий синтеза на структуру и свойства ультрадисперсных оксигидроксида алюминия // *Химия в интересах устойчивого развития.* 2005. Т. 13. № 3. С. 427–432.
8. Чукин Г.Д. Строение оксида алюминия и катализаторов гидрообессеривания. Механизмы реакций. М.: Паладин, ООО “Принта”, 2010. 288 с.
9. Сударикова Е.Ю. Получение прекурсоров и синтез из них порошков высокочистого оксида алюминия: Автореф. дис. ... канд. хим. наук. М., 2009. 22 с.
10. Альмяшева О.В., Корыткова Э.Н., Маслов А.В., Гусаров В.В. Получение нанокристаллов оксида алюминия в гидротермальных условиях // *Неорган. материалы.* 2005. Т. 41. № 5. С. 540–547.
11. Panda P.K., Jaleel V.A., Usha Devi S. Hydrothermal Synthesis of Boehmite and α -Alumina from Bayer’s Alumina Trihydrate // *J. Mater. Sci.* 2006. V. 42. № 24. P. 8386–8389.
12. Гусев А.И. Аттестация нанокристаллических материалов по размеру частиц (зерен) // *Металлофизика и новейшие технологии.* 2008. Т. 30. № 5. С. 679–694.
13. Ягодкин Ю.Д., Добаткин С.В. Применение электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа для определения размеров структурных элементов в нанокристаллических материалах (Обзор) // *Завод. лаб. Диагностика материалов.* 2007. Т. 73. № 1. С. 38–49.
14. Sing, K.S.W., Everett D.H., Haul R.A.W. Reporting Physisorption Data for Gas/Solid Systems with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity // *Pure Appl. Chem.* 1985. V. 57. P. 603–619.
15. Химическая энциклопедия / Под ред. Кнунянца И.Л. М.: Сов. энциклопедия, 1988. Т. 1. С. 118.
16. Хасанов О.Л., Двилис Э.С., Полисадова В.В., Зыкова А.П. Эффекты мощного ультразвукового воздействия на структуру и свойства наноматериалов // *Уч. пособие. Изд-во Томского политехнического ун-та,* 2008. 149 с.
17. Гринберг Е.Е., Сырычко В.В., Стрельникова И.Е., Потелов В.В., Баранов К.В. Технологические вопросы получения высокочистых веществ для золь-гель и пиролитических методов синтеза // *Физика и химия стекла.* 2008. Т. 34. № 4. С. 668–673.
18. Gregg S.J., Sing K.S.W. Adsorption, Surface Area and Porosity. N.Y.: Academic Press, 1982. 310 p.