

УДК 544.461

СИНТЕЗ НАНОРАЗМЕРНОГО ПОРОШКА БЕМИТА (AlOOH) ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ ГИДРОТЕРМАЛЬНОЙ ОБРАБОТКИ

© 2020 г. И. В. Козерожец^а, *, Г. П. Панасюк^а, Е. А. Семенов^а,
Н. П. Симоненко^а, Л. А. Азарова^а, В. Н. Белан^а

^аИнститут общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Москва, Россия

*e-mail: irina135714@yandex.ru

Поступила в редакцию 06.12.2019 г.

После доработки 21.01.2020 г.

Принята к публикации 24.01.2020 г.

Разработан способ синтеза наноразмерного порошка бемита при низких температурах гидротермальной обработки в 1.5 мас. % растворе HCl при 150 и 170°C и в воде при 80, 100 и 130°C. Определены оптимальные параметры гидротермальной обработки. Установлены этапы превращения γ -Al₂O₃ в бемит (AlOOH); подтверждено, что процесс является твердофазным (топохимическим). Исследованы физические и технологические свойства синтезированного нанопорошка бемита; установлено, что независимо от температуры гидротермальной обработки синтезированный бемит обладает схожими свойствами.

Ключевые слова: наноразмерность, гидротермальная обработка, pH, γ -Al₂O₃, бемит (AlOOH)

DOI: 10.31857/S0040357120030082

ВВЕДЕНИЕ

Гидротермальная обработка является широко распространенным промышленным способом синтеза порошков оксидов и гидроксидов металлов с заданными свойствами за счет варьирования параметров обработки [1–9]. В работах [10–19] представлены экспериментальные исследования влияния pH среды на форму и размеры частиц, в частности на форму и размеры частиц бемита [20, 21]. Так, при обработке в среде с pH > 7 формируются частицы бемита пластинчатой формы, при обработке в среде с pH < 7 – частицы бемита игольчатой формы, а при pH 7 – изометрические частицы бемита. Однако, согласно работам [22–24], независимо от pH среды, превращение прекурсор–бемит является твердофазным (топохимическим). Превращение микронных частиц оксидов и гидроксидов алюминия в бемит наиболее оптимально осуществляется при температуре гидротермальной обработке 200°C [25]. При гидротермальной обработке микронных частиц γ -Al₂O₃ в 1.5 мас. % растворе HCl минимальной температурой, позволяющей получить технологический результат в 100% превращения бемита, является 180°C. Ниже этой температуры процесс идет очень медленно, что не позволяет получать бемит в промышленном масштабе [25]. Максимальная температура гидротермальной обработки в 220°C приводит к формированию крупных частиц бемита с плохо сформированной структурой, что не отвечает требованиям современной промышленности. Актуальность проблемы синтеза

бемита со строго заданными физическими (размер, форма частиц, насыпная плотность, удельная площадь поверхности, теплопроводность, электропроводность, микротвердость и др.) и технологическими (абразивная способность, температура спекаемости и т.д.) свойствами определяется его широким применением. Бемит (AlOOH) является прекурсором для получения различных чистых и легированных оксидов алюминия, сложных оксидов (в частности, алюмомагниевого шпинели [26]); является универсальным наполнителем в пластмассы, резину, полимеры, бумагу; может использоваться как огнезащитный материал, компонент масел; для производства керамики [27–30]; как сорбент широкого назначения [31–33]; в производстве лакокрасочных материалов и в ряде других важных областях. Особенно следует отметить использование бемита в процессах водоочистки [31, 32].

В связи с развитием современной промышленности формируются новые требования к исходному сырью, в частности к форме и размерам частиц бемита, а также к увеличению КПД производств за счет снижения энергозатрат производства бемита. Это возможно при использовании в качестве прекурсора для синтеза бемита наноразмерных частиц.

Данная работа направлена на исследование возможности превращения нанопорошка γ -Al₂O₃ в бемит (AlOOH) при низких температурах гидротермальной обработки в 1.5 мас. % растворе HCl при 150 и 170°C, в воде при 80, 100 и 130°C, а также

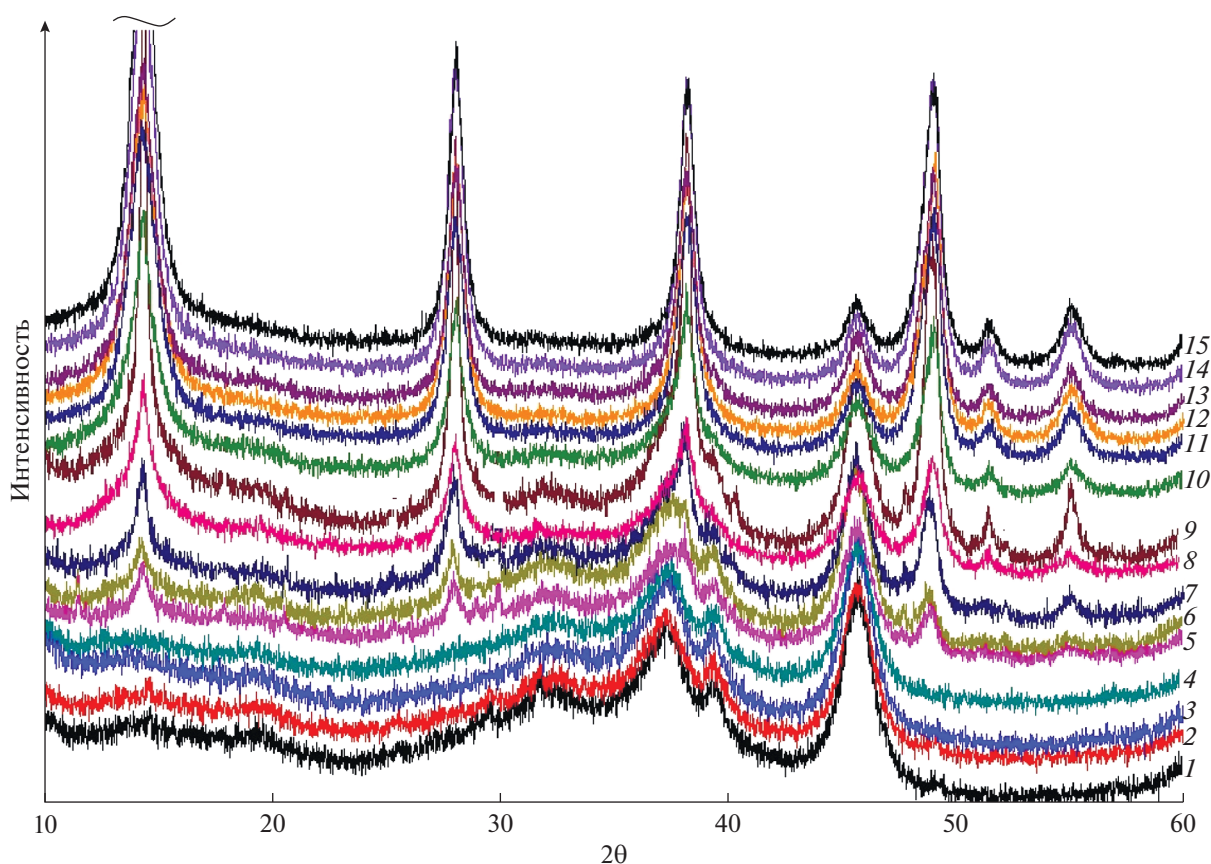


Рис. 1. Дифрактограммы наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1) и образцов, полученных при его гидротермальной обработке при 170°C в 1.5 мас. % растворе HCl в течение 1 ч (2) / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ /; 2 ч (3) / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ /; 3 ч (4) / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ /; 4 ч (5) / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlOOH/; 6 ч (6) / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlOOH/; 8 ч (7) / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlOOH/; 9 ч (8) / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlOOH/; 10 ч (9) / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlOOH/; 12 ч (10) /AlOOH/; 14 ч (11) /AlOOH/; 16 ч (12) /AlOOH/; 18 ч (13) /AlOOH/; 20 ч (14) /AlOOH/; 24 ч (15) /AlOOH/.

на исследование физических и технологических свойств синтезированного при разных температурах обработки бемита.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В работе в качестве прекурсора использовался нанопорошок $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, синтезированный по технологии, описанной в статье [34]. Обработка нанопорошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ осуществлялась в автоклавах объемом 25 см^3 в тefлоновом вкладыше в воде при температурах 80, 100 и 130°C и в 1.5 мас. % растворе HCl при температурах 150 и 170°C . Коэффициент заполнения автоклава 35%. Автоклавы охлаждались проточной водой, после разгерметизации образцы бемита извлекались из вкладышей, промывались дистиллированной водой и высушивались при 100°C . Обработка нанопорошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в растворе кислоты обусловлена тем, что, согласно работам [29], возможные примеси, содержащиеся в $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, остаются в маточном растворе, таким образом, достигается дополнительная очистка конечного продукта – бемита. Использование тefлонового вкладыша позволяет избежать загрязнения синтезированного бемита

примесями, возникающими за счет коррозии стенок контейнера. Синтезированный бемит исследовался методами: РФА на дифрактометре Bruker D8 Advance; СЭМ на приборе CAMSCAN-S2; ПЭМ на приборе Jem-1011; ИК-спектроскопией на ИК-Фурье спектрометре Nexus “Nicolett”; ДСК на приборе SDT Q600; низкотемпературной адсорбцией азота с использованием анализатора АТХ-06. Насыпная плотность измерялась согласно ГОСТ 19440-94. Теплопроводность измерялась на приборе ИТП-МГ4 “Зонд” СКБ.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Исходный порошок $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ с размером частиц 10–40 нм является монофазным образцом, удельная площадь поверхности которого $190\text{ м}^2/\text{г}$, коэффициент теплопроводности $0.02\text{ Вт}/(\text{м К})$, насыпная плотность $0.015\text{ г}/\text{см}^3$ [34].

Выбор температур гидротермальной обработки наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в 1.5 мас. % растворе HCl и в воде определялся задачами промышленности по уменьшению энергозатрат при производстве бемита. Так, в настоящее время в

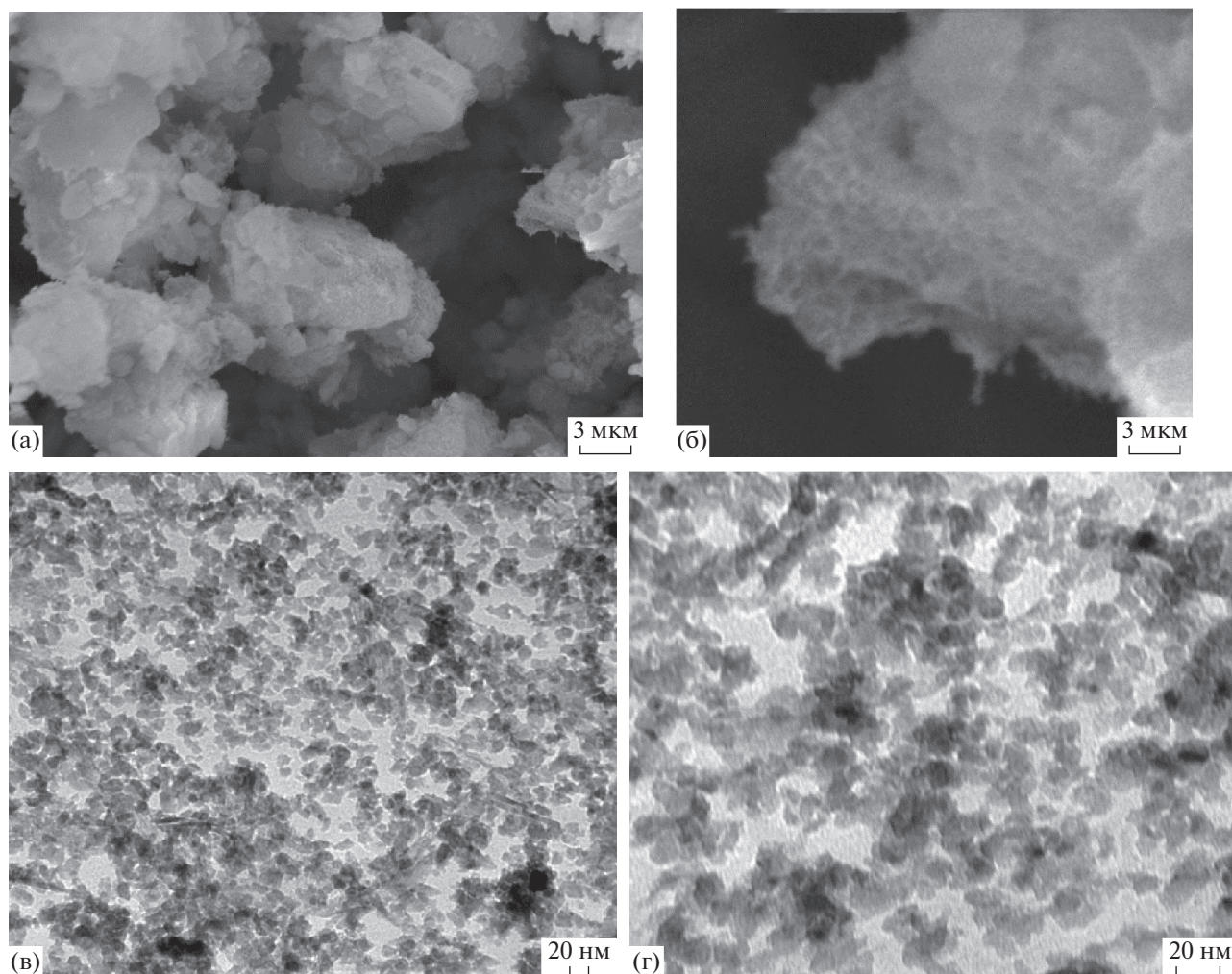


Рис. 2. СЭМ (а, б), ПЭМ (в, г) – изображения бемита, полученного при гидротермальной обработке наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в 1.5 мас. % растворе HCl при 170°C в течение 12 ч.

промышленности реализован способ получения бемита при гидротермальной обработке микронных частиц прекурсора в автоклаве в различных средах, при этом 100% выход бемита возможен только при обработке в автоклаве от 180°C [24]. Таким образом, в работе экспериментально подобран ряд температур, позволяющий снизить энергозатраты при производстве порошка бемита.

Гидротермальная обработка наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в 1.5 мас. % растворе HCl при изотермической выдержке при 170°C проводилась в течение 24 ч (рис. 1). При этом появление рефлекса бемита, относящегося к межплоскостному расстоянию $d_{020} = 6.13 \text{ \AA}$, было зафиксировано уже после 4 ч обработки (рис. 1–5), что свидетельствует о высокой реакционной способности наноразмерных частиц $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, так как для микронных частиц $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ без введения дополнительных активаторов превращение в таких условиях не характерно. Полностью превращение прекурсор–бемит осуществлялось за 12 ч обра-

ботки. Изотермическая выдержка при 170°C в течение 24 ч позволила получить наноразмерный порошок бемита (рис. 2) с хорошо сформированной структурой, что подтверждают узкие рефлексы на дифрактограммах.

Данные ИК-спектроскопии подтверждают результаты РФА и фиксируют при гидротермальной обработке наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в 1.5 мас. % растворе HCl при 170°C в течение 12 ч полосы, характерные для бемита (рис. 3–7): 3282 и 3083 cm^{-1} , относящиеся к валентным колебаниям OH-групп бемита; 1150 и 1078 cm^{-1} , соответствующие деформационным колебаниям связи as Al–OH и s Al–OH; 738 и 615 cm^{-1} , соответствующие симметричным (s Al–O) и асимметричным (as Al–O) деформационным колебаниям связи алюминий–кислород (Al–O), полоса при 479 cm^{-1} , соответствующая валентным (as Al–O) колебаниям связи Al–O [12–14, 25].

На рис. 2 представлены СЭМ и ПЭМ бемита, синтезированного при гидротермальной обра-

Таблица 1. Свойства наноразмерного порошка бемита, полученного при гидротермальной обработке нанопорошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в 1.5 мас. % растворе HCl при 150 и 170°C

Характеристика	Температура обработки, °C	
	170	150
Диапазон размера частиц, нм	10–40	10–40
Теплопроводность, Вт/(м К)	0.02	0.02
Удельная площадь поверхности, м ² /г	67.45	66.34
Размер пор, нм	1.89	1.89
Удельный объем пор, см ³ /г	0.033	0.030
Время полного превращения, ч	12	36

ботке порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в 1.5 мас. % растворе HCl при 170°C в течение 24 ч. Согласно микрофотографиям, бемит представляет собой крупные агломераты со средним размером порядка 3 мкм, состоящие из наноразмерных частиц со средним размером порядка 20 нм, что подтверждается расчетом по дифрактограмме по формуле Дебая–Шеррера (средний размер частиц 43 ± 5 нм).

Физические и технологические свойства бемита, синтезированного при гидротермальной обработке порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в 1.5 мас. % растворе HCl при 170°C в течение 12 ч, представлены в табл. 1.

Гидротермальная обработка нанопорошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в 1.5 мас. % растворе HCl при 150°C также позволила получить бемит при изотермической выдержке в течение 36 ч (рис. 4–6). При этом пер-

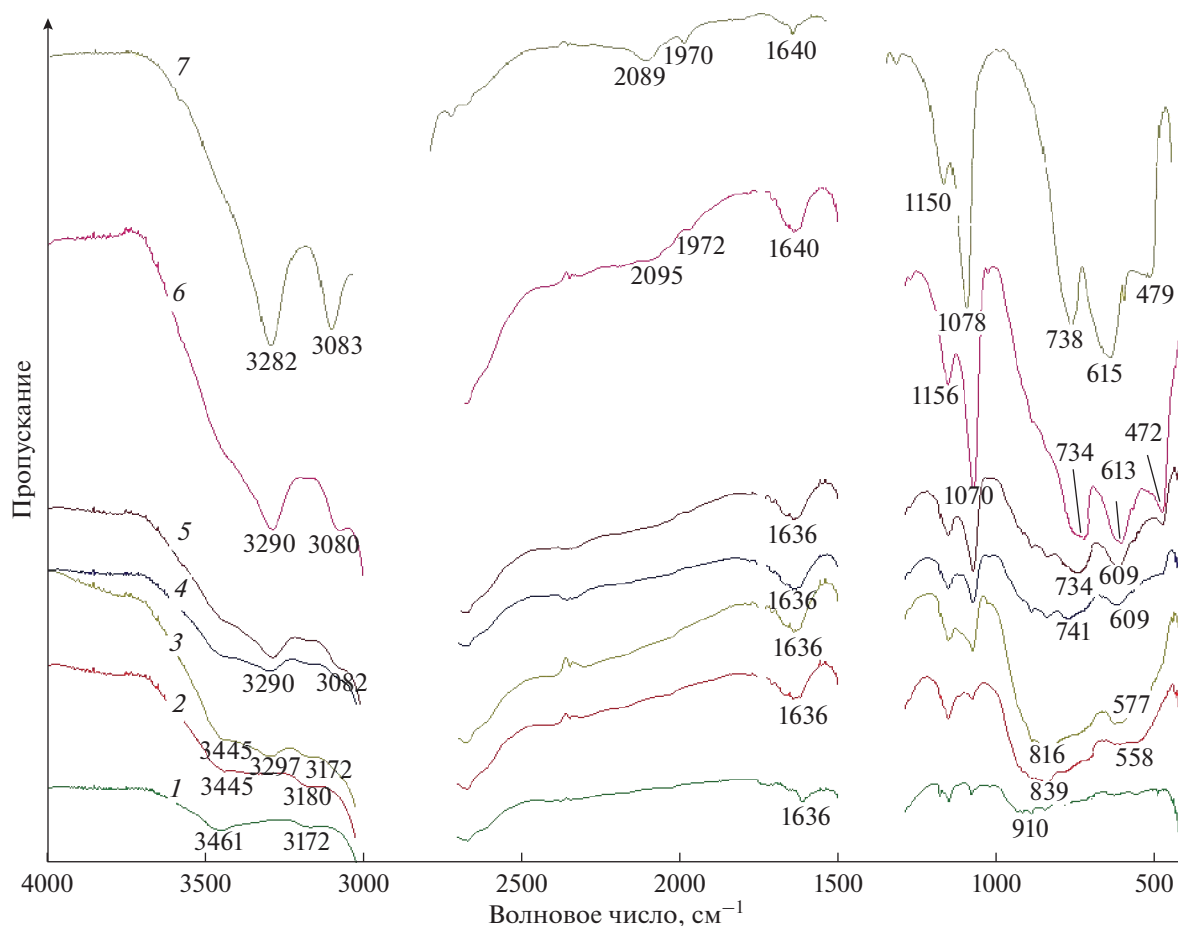


Рис. 3. ИК-спектры поглощения исходного наноразмерного порошка $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (1) и подвергнутого гидротермальной обработке в 1.5 мас. % растворе HCl при 170°C в течение 1 ч (2) $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$; 4 ч (3) $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlOOH; 5 ч (4) $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlOOH; 6 ч (5) $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlOOH; 8 ч (6) $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlOOH; 12 ч (7) AlOOH/.

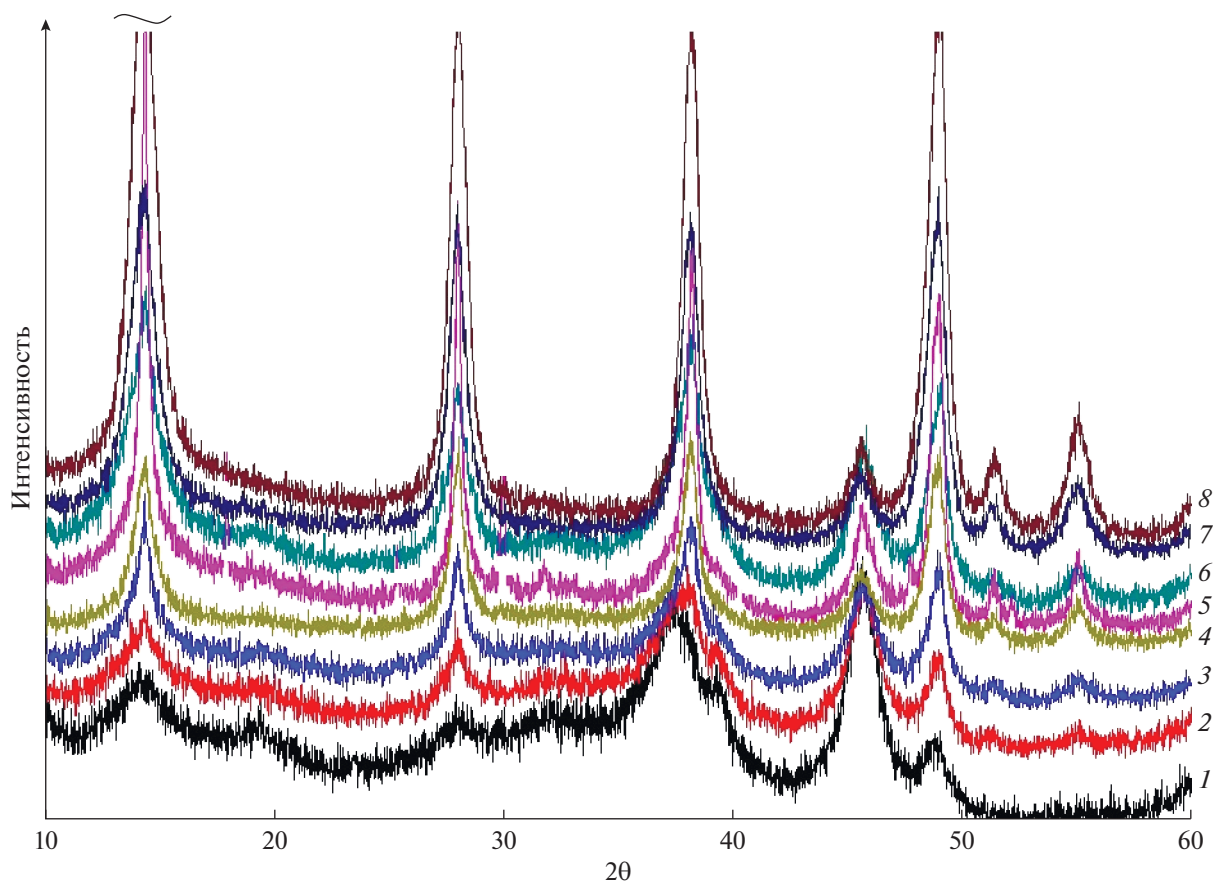


Рис. 4. Дифрактограммы образцов, полученных при обработке γ -Al₂O₃ при 150°С в 1.5% растворе HCl в течение 8 ч (1) / γ -Al₂O₃ и AlOOH/; 12 ч (2) / γ -Al₂O₃ и AlOOH/; 16 ч (3) / γ -Al₂O₃ и AlOOH/; 20 ч (4) / γ -Al₂O₃ и AlOOH/; 24 ч (5) / γ -Al₂O₃ и AlOOH/; 36 ч (6) /AlOOH/; 60 ч (7) /AlOOH/; 96 ч (8) /AlOOH/.

вый рефлекс бемита формируется за 8 ч обработки. Формирование структуры частиц бемита с узкими рефлексами на дифрактограмме достигается при обработке в течение 96 ч.

Данные ИК-спектроскопии подтверждают результаты РФА. Для бемита, полученного при обработке γ -Al₂O₃ в 1.5 мас. % растворе HCl при 150°С в течение 36 ч (рис. 5 и 6), фиксируются все те же полосы, что и для бемита, полученного при обработке γ -Al₂O₃ при 170°С в течение 24 ч (рис. 3–7).

Результаты исследования методами СЭМ и ПЭМ подтверждают наноразмерность частиц синтезированного бемита, полученного при обработке γ -Al₂O₃ в 1.5 мас. % растворе HCl при 150°С в течение 36 ч (рис. 6). При этом бемит также представляет собой агломераты с размером до 10 мкм, состоящие из наноразмерных частиц с размером порядка 20 нм, что подтверждается расчетом по формуле Дебая–Шеррера (средний размер частиц 15 ± 5 нм).

Физические и технологические свойства бемита, синтезированного при гидротермальной обработке порошка γ -Al₂O₃ в 1.5 мас. % растворе

HCl при 150°С в течение 36 ч, представлены в табл. 1.

Гидротермальная обработка нанопорошка γ -Al₂O₃ в 1.5 мас. % растворе HCl при температурах ниже 150°С не позволила получить частицы бемита с 100% выходом за временной промежуток, удовлетворяющий современную промышленность.

В ходе экспериментов зафиксировано частичное превращение нанопорошка γ -Al₂O₃ в бемит при температурах гидротермальной обработки в воде 80 (τ = 96 ч), 100 (τ = 80 ч) и 130°С (τ = 24 ч), что указывает на высокую реакционную способность γ -Al₂O₃ (рис. 7). Однако полученные образцы, согласно дифрактограммам, представляют собой смесь фаз бемита и γ -Al₂O₃, что не позволяет реализовать данный экспериментальный результат в промышленности.

Согласно представленным в табл. 1 результатам синтезированный наноразмерный порошок бемита, независимо от температуры синтеза, обладает схожими свойствами. Размер частиц колеблется в диапазоне 10–40 нм; теплопроводность при комнатной температуре 0.02–0.025 Вт/(м К); удельная площадь поверхности изменяется в диапазоне от

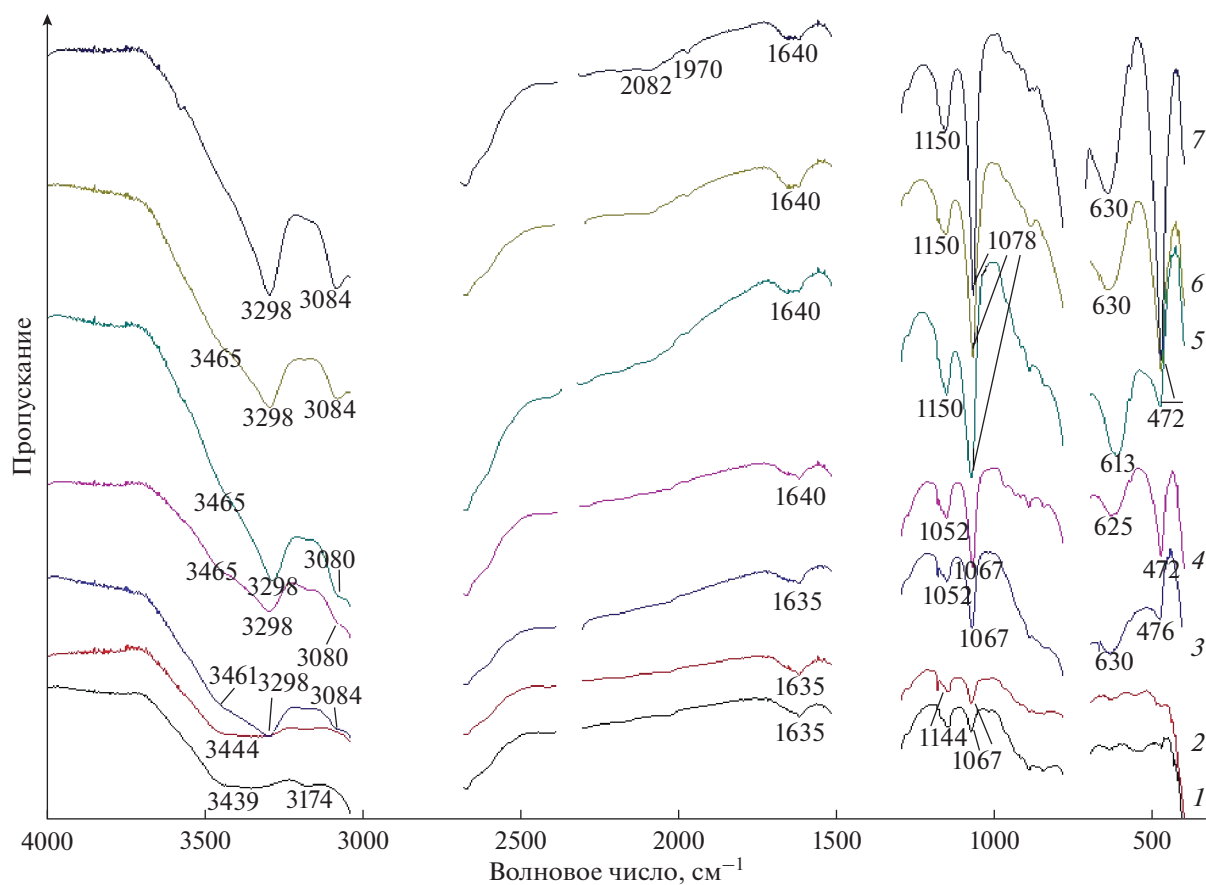


Рис. 5. ИК-спектры поглощения образцов, полученных после обработки γ - Al_2O_3 при 150°C в 1.5% растворе HCl в течение 8 ч (1) / γ - Al_2O_3 и AlOOH /; 12 ч (2) / γ - Al_2O_3 и AlOOH /; 16 ч (3) / γ - Al_2O_3 и AlOOH /; 20 ч (4) / γ - Al_2O_3 и AlOOH /; 24 ч (5) / γ - Al_2O_3 и AlOOH /; 36 ч (6) / AlOOH /; 60 ч (7) / AlOOH /.

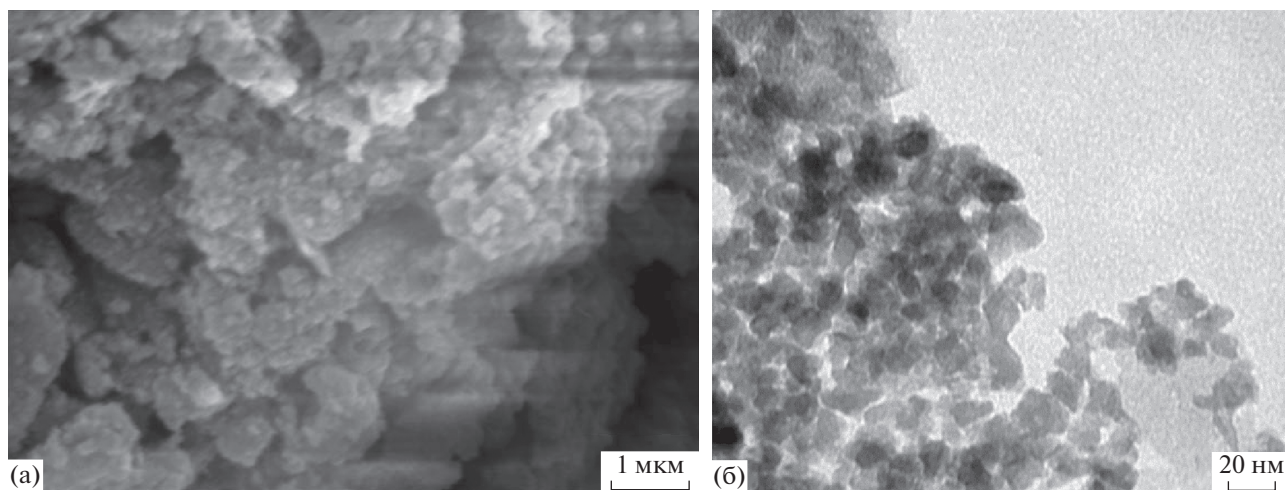


Рис. 6. СЭМ (а), ПЭМ (б) – изображения бемита, полученного при гидротермальной обработке наноразмерного порошка γ - Al_2O_3 в 1.5 мас. % растворе HCl при 150°C в течение 36 ч.

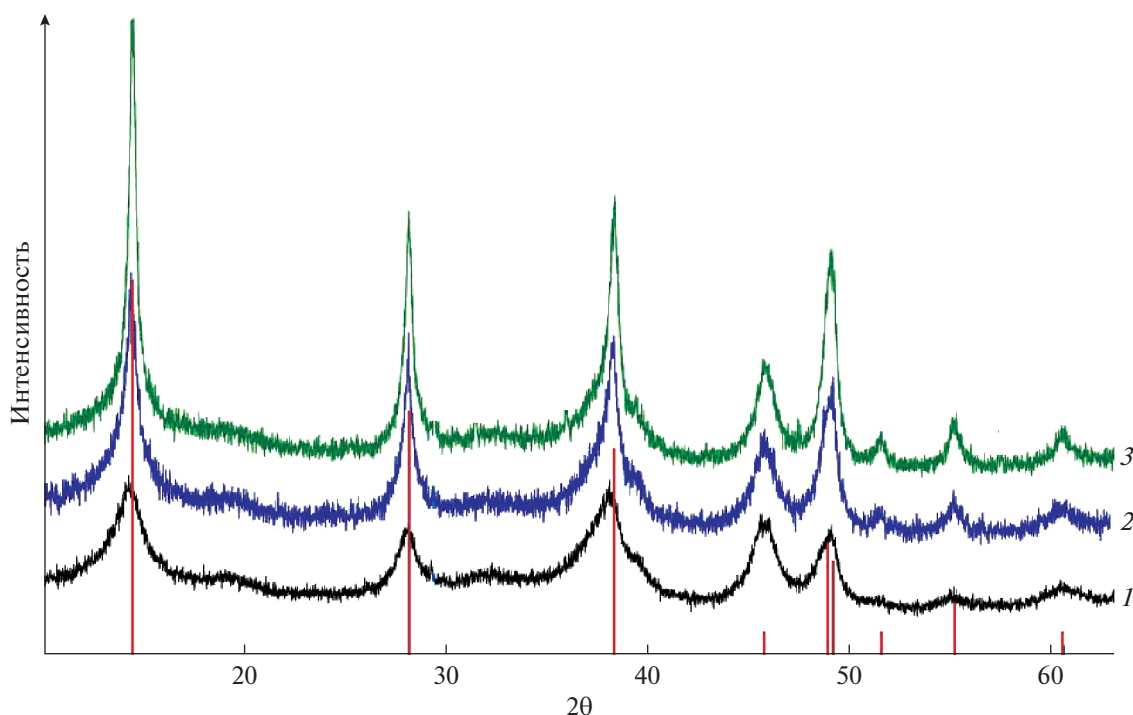


Рис. 7. Дифрактограммы образцов, полученных при обработке наноразмерного порошка γ -Al₂O₃ в воде при 80°C в течение 96 ч (1) / γ -Al₂O₃ и AlOOH/, при 100°C в течение 80 ч (2) / γ -Al₂O₃ и AlOOH/, при 130°C в течение 24 ч (3) / γ -Al₂O₃ и AlOOH/.

65.32 до 67.45 м²/г и удельный объем пор в диапазоне от 0.030 до 0.033 см³/г; размер пор независимо от температуры синтеза бемита равен 1.9 нм.

Рассмотренные выше свойства позволяют рекомендовать синтезированный порошок бемита: в качестве сорбента для сточных вод промышленных предприятий; в качестве добавки к краскам, лакам, бетону для повышения теплоизоляционных свойств; в качестве более реакционно-способного материала по сравнению с частицами бемита микронного размера; в качестве добавки при создании огнезащитных материалов с рабочей температурой до 800°C; в качестве промежуточной фазы для синтеза наноразмерного порошка α -Al₂O₃, а значит, и для создания различных видов керамики, в том числе и как исходное сырье для синтеза лейкосапфира; в качестве прекурсора для синтеза алюмомагниевого шпинели и т.д.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследовано превращение наноразмерного порошка γ -Al₂O₃ при гидротермальной обработке при низких температурах в воде при 80 (τ = 96 ч), 100 (τ = 80 ч) и 130°C (τ = 24 ч) и в 1.5 мас. % растворе HCl при 150 (τ = 36 ч) и 170°C (τ = 12 ч). Выявлен схожий механизм превращений в разных средах: твердофазный (топохимический). Показано, что переход γ -Al₂O₃–бемит при обработке

при 170°C осуществляется за 12 ч обработки, а при 150°C – за 36 ч. Установлено, что независимо от температуры гидротермальной обработки синтезирован бемит со схожими свойствами. Предложены возможные области применения синтезированного нанопорошка бемита.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИОНХ РАН в области фундаментальных научных исследований.

ОБОЗНАЧЕНИЯ

τ время изотермической выдержки при гидротермальной обработке, ч.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Oh M.-H., Nho J.-S., Cho S.-B. et al. Novel method to control the size of well-crystalline ceria particles by hydrothermal method // Mater. Chem. Phys. 2010. V. 124. № 1. P. 134. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2010.06.004>
2. Quan Y., Fang D., Zhang X. et al. Synthesis and characterization of gallium oxide nanowires via a hydrothermal method // Mater. Chem. Phys. 2010. V. 121. № 1–2. P. 142. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2010.01.009>
3. Shan H.-Y., Li J., Li S. et al. Epitaxial ZnO films grown on ZnO-buffered c-plane sapphire substrates by hydro-

- thermal method // *Appl. Surf. Sci.* 2010. V. 256. № 22. P. 6743.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.04.083>
4. Kim S.-J., Kim H.-H., Kwon J.-B. et al. Novel fabrication of various size ZnO nanorods using hydrothermal method // *Microelectron. Eng.* 2010. V. 87. № 5–8. P. 1534.
<https://doi.org/10.1016/j.mee.2009.11.033>
 5. Chen Z., He X. Low-temperature preparation of nano-plated bismuth titanate microspheres by a sol–gel–hydrothermal method // *J. Alloys Compd.* 2010. V. 497 № 1–2. P. 312.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.03.053>
 6. Ding M., Zhao D., Yao B. et al. The p-type ZnO film realized by a hydrothermal treatment method // *Appl. Phys. Lett.* 2011. V. 98. № 6. Article number 062102.
<https://doi.org/10.1063/1.3549304>
 7. Sreekantan S., Wei L.C. Study on the formation and photocatalytic activity of titanate nanotubes synthesized via hydrothermal method // *J. Alloys Compd.* 2010. V. 490. № 1–2. P. 436.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.10.030>
 8. Liu R., Yang W.D., Chueng H.J. Preparation and Visible-Light Photocatalytic Activity of TiO₂ Nanotubes from a Hydrothermal Method // *Adv. Mater. Res.* 2011. V. 197–198. P. 786.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.197-198.786>
 9. Kometani N., Teranishi T. Preparation of size-controlled silver nanoparticles by the hydrothermal method // *Phys. Status Solidi C.* 2010. V. 7. № 11–12. P. 2644.
<https://doi.org/10.1002/pssc.200983783>
 10. Manikandan V., Jayanthi P., Priyadharsan A. et al. Green synthesis of pH-responsive Al₂O₃ nanoparticles: Application to rapid removal of nitrate ions with enhanced antibacterial activity // *J. Photochem. Photobiol., A.* 2019. V. 371. P. 205.
<https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2018.11.009>
 11. Ribut S.H., Abdullah C.A.C., Mustafa M. et al. Influence of pH variations on zinc oxide nanoparticles and their antibacterial activity // *Mater. Res. Express.* 2019. V. 6. № 2. Article number 025016.
<https://doi.org/10.1088/2053-1591/aaecbc>
 12. Mohanraj V., Jayaprakash R., Chandrasekaran J. et al. Influence of pH on particle size, band-gap and activation energy of CdS nanoparticles synthesized at constant frequency ultrasonic wave irradiation // *Mater. Sci. Semicond. Process.* 2017. V. 66. P. 131.
<https://doi.org/10.1016/j.mssp.2017.04.006>
 13. Tang Z., Kwon H., Yi M.Y. et al. Role of Halide Ions for Controlling Morphology of Copper Nanocrystals in Aqueous Solution // *ChemistrySelect.* 2017. V. 2. № 17. P. 4655.
<https://doi.org/10.1002/slct.201701173>
 14. Wan Y.Y., Zhou X.P. Formation mechanism of hafnium oxide nanoparticles by a hydrothermal route // *RSC Adv.* 2017. V. 7. № 13. P. 7763.
<https://doi.org/10.1039/c6ra26663k>
 15. Mestanza S.N.M., Ribeiro A.O., De Souza Ribeiro C.S. et al. Study of the influence of dynamics variables on the growth of silica nanoparticles // *Inorg. Nano-Met. Chem.* 2017. V. 47. № 6. P. 824.
<https://doi.org/10.1080/15533174.2016.1212226>
 16. Podlogar M., Recnik A., Yilmazoglu G. et al. The role of hydrothermal pathways in the evolution of the morphology of ZnO crystals // *Ceram. Int.* 2016. V. 42. № 14. P. 15358.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.06.181>
 17. Egorova S.R., Bekmukhamedov G.E., Mukhamed'yarova A.N. et al. On the nature of phase conversions and transformations in porous system in hydrothermal processing of χ -Al₂O₃ into boehmite // *Russ. J. Appl. Chem.* 2016. V. 89. № 5. P. 703.
<https://doi.org/10.1134/S1070427216050049>
 18. Akiba H., Ichiji M., Nagao H. et al. Effect of Seeding and pH Conditions on the Size and Shape of Au Nanoparticles in Reduction Crystallization // *Chem. Eng. Technol.* 2015. V. 38. № 6. P. 1068.
<https://doi.org/10.1002/ceat.201400671>
 19. Hai C.X., Zhang L.J., Zhou Y. et al. Phase Transformation and Morphology Evolution Characteristics of Hydrothermally Prepared Boehmite Particles // *J. Inorg. Organomet. Polym. Mater.* 2018. V. 28. № 3. P. 643.
<https://doi.org/10.1007/s10904-017-0756-9>
 20. Padilla I., Lopez-Andres S., Lopez-Delgado A. Effects of Different Raw Materials in the Synthesis of Boehmite and γ - and α -Alumina // *J. Chem.* 2019. Article number 5353490.
<https://doi.org/10.1155/2016/5353490>
 21. Panasyuk G.P., Kozerozhets I.V., Semenov E.A. et al. Mechanism of Phase Transformations of γ -Al₂O₃ and Al(OH)₃ into Boehmite (AlOOH) during Hydrothermal Treatment // *Inorg. Mater.* 2019. V. 55. № 9. P. 929
<https://doi.org/10.1134/S0020168519090139>
 22. Panasyuk G.P., Belan V.N., Voroshilov I.L. et al. The study of hydrargillite and γ -alumina conversion process in boehmite in different hydrothermal media // *Theor. Found. Chem. Eng.* 2013. V. 47. № 4. P. 415.
<https://doi.org/10.1134/S0040579513040143>
 23. Panasyuk G.P., Belan V.N., Voroshilov I.L. et al. Hydrargillite \rightarrow boehmite transformation // *Inorg. Mater.* 2010. V. 46. № 7. P. 747.
<https://doi.org/10.1134/S0020168510070113>
 24. Панасюк Г.П., Семенов Е.А., Козерожец И.В., Азарова Л.А., Ворошилов И.Л., Белан В.Н., Першиков С.А. Способ получения наполнителей для строительных материалов. Патент РФ 2625388. 2015.
 25. Panasyuk G.P., Kozerozhets I.V., Danchevskaya M.N. et al. A New Method for Synthesis of Fine Crystalline Magnesium Aluminate Spinel // *Dokl. Chem.* 2019. V. 487. № 2. P. 218.
<https://doi.org/10.1134/S0012500819080019>
 26. Panasyuk G.P., Azarova L.A., Belan V.N. et al. Preparation of Fine-Grained Corundum Powders with Given Properties: Crystal Size and Habit Control // *Theor. Found. Chem. Eng.* 2018. V. 52. № 5. P. 879.
<https://doi.org/10.1134/S0040579518050202>
 27. Panasyuk G.P., Semenov E.A., Kozerozhets I.V. et al. Production of High-Flexural-Strength Corundum Ceramics // *Dokl. Chem.* 2019. V. 485. № 2. P. 116.
<https://doi.org/10.1134/S0012500819040049>
 28. Panasyuk G.P., Semenov E.A., Kozerozhets I.V. et al. A New Method of Synthesis of Nanosized Boehmite

- (AlOOH) Powders with a Low Impurity Content // Dokl. Chem. 2018. V. 483. P. 272.
<https://doi.org/10.1134/S0012500818110022>
29. *Chen Y.G., Huo W.L., Zhang X.Y. et al.* Ultrahigh-strength alumina ceramic foams via gelation of foamed boehmite sol // J. Am. Ceram. Soc. 2019. V. 102. № 9. P. 5503.
<https://doi.org/10.1111/jace.16378>
30. *Kamari M., Shafiee S., Salimi F. et al.* Comparison of modified boehmite nanoplatelets and nanowires for dye removal from aqueous solution // Desalin. Water Treat. 2019. V. 161. P. 304.
<https://doi.org/10.5004/dwt.2019.24295>
31. *Rajamani M., Rajendrakumar K.* Chitosan-boehmite desiccant composite as a promising adsorbent towards heavy metal removal // J. Environ. Manage. 2019. V. 244. P. 257.
<https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2019.05.056>
32. *Dubey S.P., Dwivedi A.D., Sillanpaa M. et al.* Adsorption of As(V) by boehmite and alumina of different morphologies prepared under hydrothermal conditions // Chemosphere. 2017. V. 169. P. 99.
<https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.11.052>
33. *Panasyuk G.P., Kozerozhets I.V., Semenov E.A. et al.* A New Method for Producing a Nanosized γ -Al₂O₃ Powder // Russ. J. Inorg. Chem. 2018. V. 63. № 10. P. 1303. [Панасюк Г.П., Козерожец И.В., Семенов Е.А. и др. // Журн. неорг. хим. 2018. Т. 63. № 10. С. 1286.]
<https://doi.org/10.1134/S0036023618100157>
34. *Panasyuk G.P., Kozerozhets I.V., Voroshilov I.L. et al.* The thermodynamic properties and role of water contained in dispersed oxides in precursor-boehmite conversion, based on the example of aluminum hydroxide and oxide under hydrothermal conditions in different environments // Russ. J. Phys. Chem. A. 2015. V. 89. № 4. P. 592.
<https://doi.org/10.1134/S0036024415040196>