УДК: 54.057:[661.862.22:544.452]

СИНТЕЗ И ХАРАКТЕРИСТИКА ПРОДУКТА ГОРЕНИЯ АЛЮМООКСИДНО-СУКЦИНАТНОГО КСЕРОГЕЛЯ

Н.В. Филатова, А.С. Артюшин, Н.Ф. Косенко

Ивановский государственный химико-технологический университет, кафедра технологии керамики и электрохимических производств, пр. Шереметевский, 7, Иваново, Российская Федерация, 153000 E-mail: zyanata@mail.ru, artyushin_as@mail.ru, nfkosenko@gmail.com

В синтезе использованы нитрат алюминия в качестве окислителя и янтарная кислота C₄H₆O₄ в качестве топлива для получения порошков оксида алюминия в виде γ- и а-форм. Горение ксерогелей, полученных из смесей (стехиометрической, с 25 и 50% избытком топлива), было от пламенного до тлеющего, с выделением оксидов азота желтого цвета, что было вызвано частичным разложением нитрата алюминия. Синтезированные продукты горения ксерогелей (ПГК) были изучены с помощью термического, рентгенофазового, ИК спектрального, сканирующего электронно-микроскопического анализа, методом низкотемпературной адсорбции-десорбции азота. Синтезированные порошки представляли собой аморфные продукты, кристаллизовавшиеся при отжиге.

Интенсивный экзотермический пик (432 °C) на термограмме сопровождался значительной потерей массы и соответствовал окончанию процесса горения. Это значение температуры практически совпало с измеренной температурой горения (438 °C). Термообработка при 900 °C приводила к формированию кристаллического γ -Al₂O₃. В диапазоне 1000-1100 °C γ -Al₂O₃ переходил в а-форму. На ИК спектре после термообработки (900 °C) при 539 см⁻¹ намечалась полоса, соответствовавшая колебаниям Al^{VI}-O, характерным для высокотемпературной а-формы. Обжиг при 1100 °C позволил получить хорошо закристаллизованный однофазный продукт а-Al₂O₃ с размером кристаллитов 38,3 нм. ПГК были составлены неравномерно зернистыми агломератами остроугольных частиц размерами от ~2 до ~10 мкм. По изотермам адсорбции-десорбции установлено, что ПГК являлись мезопористыми материалами IV типа с преимущественным размером пор до 10 нм, причем он уменьшался с увеличением содержания топлива в смеси. Удельная площадь поверхности S_{BET} порошков имела значительную величину (более 100 м²/г), что делает их потенциально пригодными для применения в качестве адсорбентов и носителей катализаторов, причем для разных составов значения S_{BET} различаются незначительно.

Ключевые слова: α-Al₂O₃, γ-Al₂O₃, синтез горением, состав смеси для горения, продукт горения ксерогеля, температура отжига

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF THE COMBUSTION PRODUCT OF ALUMINUM-SUCCINATE XEROGEL

N.V. Filatova, A.S. Artyushin, N.F. Kosenko

Department of Ceramics Technology and Electrochemical Production, Ivanovo State University of Chemistry and Technology, Sheremetevskiy ave., 7, Ivanovo, 153000, Russia E-mail: zyanata@mail.ru, artyushin_as@mail.ru, nfkosenko@gmail.com

In the synthesis, aluminum nitrate was used as an oxidizer and succinic acid $C_4H_6O_4$ as a fuel for the production of aluminum oxide powders in the form of γ - and α -polymorphs. The combustion of xerogels obtained from mixtures (stoichiometric, with 25 and 50% excess fuel) was from flaming to smoldering, with the release of yellow nitrogen oxides, which was caused by the partial decomposition of aluminum nitrate. The synthesized xerogel combustion products (XCPs) were studied using thermal, X-ray phase, IR spectral, scanning electron microscopy analysis, and low-

temperature nitrogen adsorption-desorption. The synthesized powders were amorphous products that crystallized during annealing.

An intense exothermic peak (432 °C) on the thermogram was accompanied by a significant loss of mass and corresponded to the end of the combustion process. This temperature value practically coincided with the measured combustion temperature (438 °C). Heat treatment at 900 °C led to the formation of crystalline γ -Al₂O₃. In the range of 1000-1100 °C, γ -Al₂O₃ turned into α -form. On the IR spectrum, after heat treatment (900 °C) at 539 cm⁻¹, a band corresponding to the Al^{VI}-O oscillations characteristic of the high-temperature α -form was observed. Burning at 1100 °C made it possible to obtain a well-crystallized single-phase product α -Al₂O₃ with a crystallite size of 38.3 nm. XCP was composed of unevenly granular agglomerates of sharp-angled particles with sizes from ~2 to ~10 µm. According to the adsorption-desorption isotherms, it was established that XCPs were mesoporous materials of type IV with a predominant pore size of up to 10 nm, and it decreased with an increase in the fuel content in the mixture. The specific surface area of the powders was significant (more than 100 m²/g), which makes them potentially suitable for use as adsorbents and catalyst supporters, and these values differed slightly for different compositions.

Keywords: α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃, synthesis by combustion, composition of the combustion mixture, xerogel combustion product, annealing temperature

Для цитирования:

Филатова Н.В., Артюшин А.С., Косенко Н.Ф. Синтез и характеристика продукта горения алюмооксидно-сукцинатного ксерогеля. *Рос. хим. ж. (Ж. Рос. хим. об-ва).* 2025. Т. LXIX. № 2. С. 22–29. DOI: 10.6060/rcj.2025692.4. **For citation:**

Filatova N.V., Artyushin A.S., Kosenko N.F. Synthesis and characterization of the combustion product of aluminum-succinate xerogel. *Ros. Khim. Zh.* 2025. V. 69. N 2. P. 22–29. DOI: 10.6060/rcj.2025692.4.

ВВЕДЕНИЕ

Глинозем, или оксид алюминия Al₂O₃, один из наиболее часто используемых материалов в промышленности. Из многочисленных полиморфных модификаций γ- и α-Al₂O₃ являются наиболее важными и широко распространенными в качестве катализаторов и подложек катализаторов, адсорбентов, износостойких покрытий, огнеупорной и функциональной керамики, элементов микроэлектроники и даже в биомедицине, в качестве ингредиента для получения сложных оксидов и композитов, обладающих перспективными люминесцентными, термолюминесцентными и сцинтилляционными свойствами [1-6]. Это, в частности, обусловлено его доступностью, низкой стоимостью, высокой температурой плавления, прочностью и твердостью, устойчивостью в кислых средах, стойкостью к тепловому удару, низким коэффициентом теплового расширения, хорошей термической стабильностью, а также возможностью получения высокой удельной поверхности для его порошков.

Порошки α-Al₂O₃, приготовленные традиционными методами, требуют высоких температур (1300–1600 °C) для твердофазного термолиза гидратов глинозема. При этом могут происходить многостадийные фазовые превращения, такие как: гидрат глинозема \rightarrow бемит $\rightarrow \gamma \rightarrow \delta \rightarrow \theta \rightarrow \alpha$ -Al₂O₃. Средний размер кристаллитов при этом значительно увеличивается.

Наиболее распространенной технологией промышленного производства глинозема является процесс Байера. Хотя упомянутый процесс относительно недорогой, он имеет некоторые ограничения по получению мелких частиц и чистоте. За последние годы были разработаны различные методы так называемой мокрой химии, такие как гидротермальный [7], золь-гель [8], осаждение [9]. Однако эти методы являются сложными и трудоемкими для применения в промышленных масштабах; при их осуществлении необходимо проводить жесткий контроль составов химических соединений из-за возможных загрязнений продуктов и технологических факторов; необходимо специальное оборудование. Для преодоления этих недостатков в середине 1980-х годов был разработан технически более простой и менее затратный эффективный способ: так называемый синтез горением раствора (SCS) [10, 11]. Был выполнен синтез тонкодисперсного порошка α-Al₂O₃ и других оксидных материалов, таких как MgAl₂O₄, CaAl₂O₄, Y₃Al₅O₁₂ (YAG),

t-ZrO₂-Al₂O₃, β'-Al₂O₃, LaAlO₃, рубиновый порошок (Cr³⁺-Al₂O₃), в условиях низких температур (500 °C) путем сжигания смесей нитратов соответствующих металлов и карбамида [12]. Предложенный простой, недорогой процесс использует легкодоступные исходные материалы, не предъявляет высоких требований к оборудованию и управлению процессом, экономит энергию и время для производства чистых нанокристаллических керамических порошков, имеет также преимущество перед твердофазными реакциями в отношении лучшей однородности состава, малого размера кристаллитов и чистоты конечного продукта. Благодаря этому данный метод признан весьма перспективным в производстве различных аморфных и нанокристаллических порошков. Кроме того, этот процесс способен стабилизировать метастабильные фазы.

SCS основан на быстрых экзотермических окислительно-восстановительных реакциях, в которых соли металлов, чаще всего хорошо растворимые нитраты, действуют как окислитель, в то время как органические соединения, такие как карбамид, лимонная кислота, глицин и т.п., используются в качестве топлива. Подходящее топливо должно легко растворяться в воде, не выделять опасных газов и иметь низкую температуру воспламенения. Кроме того, оно должно действовать как комплексообразователь для катионов металлов. Исходные компоненты легко образуют однородный раствор, что увеличивает вероятность получения однородного конечного продукта. Температура горения достаточна для того, чтобы за короткое время образовался аморфный или кристаллический порошок с выделением большого количества газов. Выделяющиеся газообразные продукты эффективно рассеивают тепло от основной массы материала, ограничивая контакт между частицами и их агломерацию и предотвращая их локальное спекание. Характеристики материала, такие как размер кристаллитов, удельная площадь поверхности и характер агломерации, в первую очередь определяются температурой пламени. Важными параметрами, влияющими на свойства конечного продукта, являются тип топлива, соотношение топливо : окислитель [13]. При осуществлении процесса может использоваться вспомогательная микроволновая обработка [14].

Синтез реакцией горения считается перспективным для получения различных форм глинозема от аморфного до α -Al₂O₃ [4, 8, 13, 15], γ-Al₂O₃ [2, 14, 16], β-Al₂O₃ [17, 18] в виде порошков с высокой чистотой, химической однородностью и контролируемым размером частиц [11, 19]. Ультрадисперсный Al₂O₃ был получен с использованием различных веществ-восстановителей: карбамида [4, 13, 14, 17, 20], глицина [17, 21], лимонной кислоты [17, 18], гексаметилентетрамина [16] и некоторых других [11, 15, 19, 22]. Возможно использование смеси топлив [23]. Данный метод позволил также получить сложные оксиды и композиционные материалы, содержащие Al₂O₃ [14, 20].

Целью настоящей работы являлся синтез γи α-Al₂O₃ горением ксерогеля с использованием янтарной кислоты и изучение влияния температуры отжига на характеристики получаемой фазы.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В качестве окислителя использовали нитрат алюминия (HA) Al(NO₃)₃·9H₂O квалификации "ч.д.а.", ГОСТ 3757-75. Молярная масса 375 г/мол. Растворимость Al(NO₃)₃ 63,7 г/100 мл воды (25 °C), Al(NO₃)₃·9H₂O – 73,9 г/100 мл воды (20 °C).

Восстановителем служила янтарная кислота (C₄H₆O₄, ЯК) [HOOCCH₂CH₂COOH] квалификации "ч.д.а.", ГОСТ 6341-75. Молярная масса 118 г/мол. Растворимость 6,8 г/100 мл воды (20 °C), 121 г/100 мл воды (100 °C).

Исходные компоненты смешивали в трех соотношениях: стехиометрическом (в соответствии с уравнением химической реакции), с 25% и 50% избытком топлива. Для стехиометрического соотношения на 26,25 г соли брали 8,85 г кислоты.

Концентрированные растворы нитрата алюминия и янтарной кислоты смешивали при нагревании (80 °C) и непрерывном перемешивании ~2 ч до образования прозрачного геля. Последний сушили в сушильном шкафу при 90 °C до состояния ксерогеля. Поджиг и горение осуществляли в фарфоровой чашке на нагревательной плитке. Продукты горения ксерогелей (ПГК) термически обрабатывали при различных температурах (500-1100 °C), растирали в ступке, а затем подвергали физико-химическим исследованиям.

Температуру горения измеряли инфракрасным пирометром Термоскоп-100.

Термический анализ (ТГ/ДСК) выполняли с использованием NETZSCH STA 449F5 Jupiter: скорость нагрева 5 °С/мин в атмосфере проточного воздуха (50 мл/мин) с α-оксидом алюминия в качестве стандартного вещества до температуры 1300 °С.

Для характеристики фазового состава синтезированных порошков использовали метод рентгеновской дифракции (Powdix 600/300 с медным анодом (λ =0,15406 Å, 40 кВ, 10 мА). Расшифровку дифрактограмм проводили по картам JCPDS No 10-0425 и 29-0063 для γ -Al₂O₃; 46-1212 для α -Al₂O₃. Размер кристаллитов рассчитывали по уравнению Шеррера:

$$D = k\lambda/B \cos \theta,$$

где D – размер кристаллитов, нм; k – постоянная Шеррера, k = 0,89; λ – длина волны рентгеновского луча, нм; B – полная ширина на половине максимума пика (с поправкой), рад; θ – угол отражения, соответствующий максимальной интенсивности пика.

ИК спектры регистрировали в диапазоне 400-4000 см⁻¹ при комнатной температуре с использованием ИК-Фурье спектрометра Avatar 360-FT-IR (фирма Nikolet). Морфологию частиц изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа Vega 3 SBH. Удельную площадь поверхности (по БЭТ) и размер пор в порошках определяли с помощью прибора Autosorb-1 Quantachrome, анализируя данные по низкотемпературной адсорбции-десорбции азота.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В процессе горения протекала окислительно-восстановительная реакция:

 $14[Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O] + 15C_4H_6O_4 \rightarrow$

 $\rightarrow 7\text{Al}_2\text{O}_3 + 60\text{CO}_2\uparrow + 171\text{H}_2\text{O} + 21\text{N}_2\uparrow$

Наблюдалось горение от пламенного до тлеющего с выделением оксидов азота желтого цвета, что было вызвано частичным разложением нитрата алюминия:

 $2Al(NO_3)_3 \rightarrow Al_2O_3 + 6NO_2 + 3/2O_2$

Максимальная температура горения (по инфракрасному пирометру) для стехиометрического соотношения компонентов составила 438 °C.

На рис. 1 представлены данные термического анализа (ТГ/ДСК) ПГК. Интенсивный экзотермический пик (432 °С), сопровождавшийся значительной потерей массы, соответствовал окончанию процесса горения. Температура максимума экзотермического пика практически совпала с измеренной температурой горения. При температуре выше ~1000 °С γ -Al₂O₃ переходил в α -форму, что подтверждалось данными рентгенофазового анализа (РФА) (рис. 2).

Полученные продукты горения ксерогеля были аморфными до 700 °C со слабыми проявлениями остаточных количеств исходных компонентов [24] без отжига (рис. 2). Термообработка при 900 °C приводила к формированию кристаллического γ-Al₂O₃, что подтверждалось появлением характерных для данной формы рефлексов (рис. 1). Более высокотемпературная обработка (1100 °C) способствовала образованию хорошо закристаллизованного однофазного продукта в виде α-формы оксида. Размер кристаллитов составил 38,3 нм.



Рис. 2. РФА ПГК (стехиометрическое соотношение компонентов), термообработанного при различных температурах. Температура, °C: 1 – без отжига, 2 – 500, 3 – 700, 4 – 900, 5 – 1100

Fig. 2. XRD patterns of XCPs (stoichiometric ratio of components) heat-treated at different temperatures. Temperature, $^{\circ}$ C: 1 – with no any heat treatment, 2 – 500, 3 – 700, 4 – 900, 5 - 1100

ИК спектры ПГК без отжига и после термообработки при 500-900 °С приведены на рис. 3. Валентным и деформационным колебаниям H-O-H отвечали широкая полоса 3550-3200 см⁻¹ [25] и полоса ~1630 см⁻¹, соответственно. В процессе отжига сильные полосы карбоксильных групп (1650-1550 см⁻¹ для v_{as}(C-O), 1455-1385 см⁻¹ для v_s(COO) и для δ (CH₃)) значительно уменьшались, зато появлялись острые интенсивные полосы ~2343 см⁻¹, характерные для колебаний группы HCO₃⁻, в результате совместной адсорбции H₂O и CO₂, образующихся в ходе окислительно-восстановительной реакции [26]. Полосы при ~800 см⁻¹ и ~600 см⁻¹ (кривая *1* на рис. 3) присвоены ионам алюминия в октаэдрической и тетраэдрической координации. Они сливались в процессе отжига в одну широкую полосу низкой интенсивности (кривые 2-4, рис. 3), что можно отнести к процессу образования γ -фазы. Предполагается [27], что в γ -Al₂O₃ вакансии заполнены так, что процент ионов алюминия в тетраэдрическом окружении составляет 32,8%, тогда как в октаэдрическом 67,2%. После термообработки при 900 °C при 539 см⁻¹ намечалась полоса, соответствующая колебаниям Al^{VI}-O, характерным для высокотемпературной α -формы.



Рис. 3. ИК спектры ПГК из стехиометрической смеси НА и ЯК без отжига (1) и после отжига при 500 °C (2); 700 °C (3); 900 °C (4) Fig. 3. IR spectra of XCPs from a stoichiometric mixture of AN and SA with no annealing (1) and after annealing at 500 °C (2); 700 °C (3); 900 °C (4)

Морфология порошка была оценена с помощью электронной микроскопии. СЭМ-изображение ПГК (рис. 4) показал, что порошок составлен неравномерно зернистыми агломератами остроугольных частиц размерами от ~2 до ~10 мкм.

По данным энергодисперсионного анализа (ЭДА) (рис. 5) ПГК (700 °С) содержал 52,45% Al и 46,71% O, что соответствовало соотношению Al:O=2:2,68, т.е. близко отвечало формуле оксида Al₂O₃.

Изотермы адсорбции-десорбции (рис. 6) демонстрировали наличие петли гистерезиса, характерной для мезопористых материалов IV типа. Преимущественный размер пор до 10 нм (рис. 7), причем он уменьшался с увеличением содержания топлива в смеси.



Рис. 4. СЭМ-изображение ПГК из стехиометрической смеси НА и ЯК (700 °C) Fig. 4. SEM image of XCP from a stoichiometric mixture of AN and SA (700 °C)



Рис. 7. Распределение пор в ПГК из стехиометрической смеси НА и ЯК (*a*) и из смеси с 1,5-кратным избытком ЯК (*б*) после отжига при 700 °С



Удельная площадь поверхности порошка ПГК (700 °С) по БЭТ $S_{\text{БЭТ}}$ для разных соотношений янтарная кислота : нитрат алюминия приведена в таблице. Там же представлены эквивалентные размеры частиц $d_{\text{БЭТ}}$, нм, рассчитанные по формуле: $d_{\text{БЭТ}} = 6000/(\rho \cdot S_{\text{БЭТ}})$, где ρ – истинная плотность оксида алюминия (3,98 г/см³).

Таблица Удельная площадь поверхности порошка ПГК (700 °C) по БЭТ и эквивалентные размеры частиц

для разных составов исходных смесей *Table.* Specific surface area of XCP powders (700 °C) by BET and equivalent particle sizes for different compositions of initial mixtures

tions of mittai matures		
ЯК:НА по отношению к стехиометрическому	$S_{\rm БЭТ}$, м ² /г	$d_{ m БЭТ}$, нм
1,0	117 ± 5	12,9
1,25	121 ± 4	12,5
1,5	114 ± 4	13,2

Рассчитанные эквивалентные размеры частиц для низкотемпературного оксида алюминия в \sim 3 раза меньше, чем для хорошо закристаллизованного α -Al₂O₃ (\sim 13 и \sim 39 нм, соответственно).

 $S_{\rm FЭT}$ имела значительную величину (более 100 м²/г), что делает полученные порошки потенциально пригодными для применения в качестве адсорбентов и носителей катализаторов, причем для разных составов эти значения различались незначительно (табл. 1).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Изучены продукты горения ксерогелей, синтезированных из смесей нитрата алюминия и янтарной кислоты (стехиометрической, с 25 и 50% избытком топлива). Установлены условия получения однофазных γ -Al₂O₃ и α -Al₂O₃ из продуктов горения: 900 и 1100 °C, соответственно. Порошки γ -Al₂O₃ имели удельную площадь поверхности выше 100 м²/г, т.е. достаточную для потенциального применения в качестве адсорбентов и носителей катализаторов, причем для разных исходных составов для горения эти значения различались незначительно.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена в рамках государственного задания на выполнение НИР (Тема № FZZW-2024-0004). Исследование выполнено с использованием ресурсов Центра коллективного пользования научной аппаратурой ИГХТУ (при поддержке Минобрнауки России). Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

The authors declare the absence of a conflict of interest warranting disclosure in this article.

ЛИТЕРАТУРА REFERENCES

- 1. **Pardo P., Alarcón J.** Thermal stability of transition alumina nanocrystals with different microstructures. *Ceramics International*. 2018. V. 44(10). P. 11486-11496. DOI: 10.1016/j.ceramint.2018.03.210.
- Xu J., Ibrahim A.-R., Hu X., Hong Y., Su Y. Preparation of large pore volume γ-alumina and its performance as catalyst support in phenol hydroxylation. *Microporous and Mesoporous Materials*. V. 231. 2016. P. 1-8. DOI: 10.1016/j.micromeso.2016.05.015.
- Prabhakar R., Samadder S.R. Low cost and easy synthesis of aluminium oxide nanoparticles for arsenite removal from groundwater: A complete batch study. *Journal of Molecular Liquids*. 2018. V. 250. P.192-201. DOI: 10.1016/j.molliq.2017.11.173.
- Prashanth P.A., Raveendra R.S., Hari Krishna R., Ananda S., Bhagya N.P., Nagabhushana B.M., Lingaraju K., Raja Naika H. Synthesis, characterizations, antibacterial and photoluminescence studies of solution combustion-derived α-Al₂O₃ nanoparticles. *J. Asian Cer. Soc.* 2015. V. 3(3). P. 345–351. DOI: 10.1016/j.jascer.2015.07.001.
- 5. Кунин А.В., Ильин А.А., Морозов Л.Н., Смирнов Н.Н., Никифорова Т.Е., Прозоров Д.А., Румянцев Р.Н., Афинеевский А.В., Борисова О.А., Гришин И.С., Верес К.А., Курникова А.А., Габрин В.А., Гордина Н.Е. Катализаторы и адсорбенты для переработки природного газа, производства минеральных удобрений, очистки технологических жидкостей. Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2023. Т. 66. Вып. 7. С. 132-150. DOI: 10.6060/ivkkt.20236607.6849j. Kunin A.V., Ilyin A.A., Morozov L.N., Smirnov N.N., Nikiforova T.E., Prozorov D.A., Rumyantsev R.N., Afineevskiy A.V., Borisova O.A., Grishin I.S., Veres K.A., Kurnikova A.A., Gabrin V.A., Gordina N.E. Catalysts and adsorbents for conversion of natural gas, fertilizers production, purification of technological liquids. ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol. J. 2023. V. 66. N 7. P. 132-150. (In Russian). DOI: 10.6060/ivkkt.20236607.6849j.
- 6. Гусаров С.С., Кудинова О.И., Рывкина Н.Г., Маклакова И.А., Ладыгина Т.А., Новокшонова Л.А. Композиционные материалы на основе Al2O3 с двухслойным полимерным покрытием из сверхвысокомолекулярного полиэтилена и полиэтилена: синтез, свойства и переработка 3D печатью методом селективного лазерного спекания. Рос. хим. ж. (Ж. Рос. хим. об-ва). 2023. Т. LXVII. № 4. C. 3-7. DOI: 10.6060/RCJ.2023674.1. Gusarov S.S., Kudinova O.I., Ryvkina N.G., Maklakova I.A., Ladygina T.A., Novokshonova L.A. Composite materials based on Al₂O₃ with a two-layer polymer coating of ultra-high molecular weight polyethylene and polyethylene: synthesis, properties and processing by 3D printing by selective laser sintering. Ros. Khim. Zh. 2023. V. 67. N 4. P. 3-7. (In Russian). DOI: 10.6060/RCJ.2023674.1.
- 7. Rosa R., Ponzoni C., Leonelli C. Direct energy supply to the reaction mixture during microwave- assisted hydrothermal

and combustion synthesis of inorganic materials. *Inorganics*. 2014. V. 2. P. 191–210. DOI: 10.3390/inorganics2020191.

- Mohammed A.A., Khodair Z.T., Khadom A.A. Preparation and investigation of the structural properties of α-Al₂O₃ nanoparticles using the sol-gel method. *Chemical Data Collections*. 2020. V. 29. P. 531. DOI: 29 10.1016/j.cdc.2020.100531.
- Jbara AS, Othaman Z., Ali A., Ati A.A., Saeed M.A. Characterization of γ-Al₂O₃ nanopowders synthesized by co-precipitation method. *Mater. Chem. Phys.* 2017. V. 188. P. 24–29. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2016.12.015.
- Varma A., Mukasyan A.S., Rogachev A.S., Manukyan K.V. Solution Combustion Synthesis of Nanoscale Materials. *Chem. Rev.* 2016. V. 116. P. 14493–14586. DOI: 10.1021/acs.chemrev.6b00279.
- Carstens S., Meyer R., Enke D. Towards Macroporous α-Al₂O₃—Routes, Possibilities and Limitations. *Materials*. 2020. V. 13. P. 1787. DOI: 10.3390/ma13071787.
- Kingsley J.J., Patil K.C. A novel combustion process for the synthesis of fine particle α-alumina and related oxide materials. *Materials Letters*. 1988. V. 6 (11-12). P. 427-432. DOI: 10.1016/0167-577X(88)90045-6.
- Jolly B.M., Ravi S.K., Ipe S., Bhattacharya S.S. Effect of Process Parameters on the Characteristics of Nanocrystalline Alumina Particles Synthesized by Solution Combustion Process. *Trans. Indian Inst. Met.* 2015. V. 68. P. 147–151. DOI: 10.1007/s12666-015-0534-8.
- Frikha K., Bennici S., Bouaziz J., Chaari K., Limousy L. Influence of the Fuel/Oxidant Ratio on the Elaboration of Binary Oxide Catalyst by a Microwave- Assisted Solution Combustion Method. *Energies.* 2020. V. 13. P. 3126. DOI: 10.3390/en13123126.
- Roque-Ruiz J.H., Reyes-López S.Y. Synthesis of α-Al₂O₃ Nanopowders at Low Temperature from Aluminum Formate by Combustion Process. *Material Sci Eng.* 2016. V. 6(1). P. 305. DOI: 10.4172/2169-0022.1000305.
- Salem S., Salem A., Parni M.H., Jafarizad A. Facile and rapid auto-combustion synthesis of nano-porous γ-Al₂O₃ by application of hexamethylenetetramine in fuel composition. *J. Phys. Chem. Solids.* 2018. V. 117. P. 86-93. DOI: 10.1016/j.jpcs.2018.02.019.
- Gupta B., Pujar P., Mal S.S., Gupta D., Mandal S. Retention of high dielectric. constant sodium beta alumina via solution combustion: Role of aluminum ions complexation with fuel. *Ceram. Int.* 2018. V. 44. P. 1500-1511. DOI: 10.1016/j.ceramint.2017.10.061.
- Shi J., Hong Y., Zhu C. Effect of Chromium on Electrochemical and Mechanical Properties of Beta-Al₂O₃ Solid Electrolyte Synthesized Via a Citrate-Nitrate Combustion Method. *Crystals.* 2020. V. 10. P. 987. DOI: 10.3390/cryst10110987.

- Frikha K., Limousy L., Bouaziz J., Bennici S., Chaari K., Jeguirim M. Elaboration of alumina-based materials by solution combustion synthesis: A Review. C. R. Chimie. 2019. V. 22. P. 206-219. DOI: 10.1016/j.crci.2018.10.004.
- Khaliullin S.M., Nefedova K.V., Zhuravlev V.D. Nanocomposites mAl₂O₃–nYSZ by Impregnation Combustion Synthesis with Urea as a Fuel. *Int. J Self-Propag. High-Temp. Synth.* 2019. V. 28. P. 1–9. DOI: 10.3103/S1061386219010072.
- Behera P., Bhattacharyya S. Thermal decomposition, phase evolution and morphology study of combustion synthesized alumina powder – Influence of precursor pH. *Mater. Chem. Phys.* 2021. V. 259. P. 124030. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2020.124030.
- Mandić V., Kurajica S., Mužina, Brleković K.F., Munda I.K. Tailoring thermal development of gamma alumina sorbents material using combustion synthesis: the effect of amino acids (G, A, N) and equivalence ratio. *J. Therm. Anal. Calorim.* 2020. V. 142. P. 1681–1691. DOI: 10.1007/s10973-020-10258-0.
- Krishna Ch.N.S., Venu M. Synthesis of alumina nanopowder using mixed fuel by solution combustion approach. *International Journal of Research in Engineering and Technology*. 2016. V. 05 (13). P. 162-164. DOI: 10.15623/IJRET.2016.0525030.
- Тимакова Е.В., Бунькова Е.И., Афонина Л.И., Юхин Ю.М. Получение мелкокристаллического основного сукцината висмута (III) по реакции взаимодействия оксида висмута с раствором янтарной кислоты. Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2022. Т. 65. Вып. 1. С. 101-108. DOI: 10.6060/ivkkt.20226501.6431. Timakova E.V., Bun'kova E.I., Afonina L.I., Yukhin Yu.M. Preparation of finely crystalline basic bismuth (III) succinate by the reaction of bismuth oxide with succinic acid solution. ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.J. 2022. V. 65. N 1. P. 101-108. (In Russian). DOI: 10.6060/ivkkt.20226501.6431.
- Filatova N.V., Kosenko N.F., Artyushin A.S., Sadkova K.S. An aluminum-phosphate binder synthesis: the effect of the aluminum hydroxide reactivity. *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.].* 2024. V. 67. N 9. P. 126-133. DOI: 10.6060/ivkkt.20246709.7108.
- Maĉedo M.J.F., Osava C.C., Bertran C.A. Sol-gel synthesis of transparent alumina gel and gamma alumina by urea hydrolysis of aluminum nitrate. *J. Sol-Gel Sci. Technol.* 2004. V. 30. P. 135. DOI: 10.1023/B:JSST.0000039497.46154.8f.
- Paglia G., Rohl A.L., Buckley C.E., Gale J.D. Determination of the structure of γ-alumina from interatomic potential and first-principles calculations: The requirement of significant numbers of nonspinel positions to achieve an accurate structural model. *Phys. Rev. B. Condens. Matter.* 2005. V. 71(22). P. 224115. DOI:10.1103/PhysRevB.71.224115.

Поступила в редакцию 31.03.2025 Принята к опубликованию 28.04.2025

Received 31.03.2025 Accepted 28.04.2025