

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 74.1.001.01,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ АО «ГНИИХТЭОС», ГК «Ростехнологии», ПО
ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА
НАУК

аттестационное дело N ___
решение диссертационного совета от 8 февраля 2023г пр. N 1

О присуждении Белову Павлу Павловичу, гражданину РФ ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Разработка эффективных процессов синтеза декаборана и технологии его получения» по специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ принята к защите 2 ноября 2022г, пр. №2 советом 74.1.001.01, созданным на базе Акционерного общества «Государственный ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт химии и технологии элементоорганических соединений» ГК «Ростехнологии» (АО«ГНИИХТЭОС»), 105118, Россия, г. Москва, Шоссе Энтузиастов 38, созданного в соответствии с приказом Министерства образования и науки РФ №105 н/к от 11.04.2012г. Соискатель Белов Павел Павлович 5 апреля 1990 года рождения в 2013 году окончил Московский государственный машиностроительный университет, кафедру Техника переработки природных топлив по специальности инженер-эколог.

После окончания института поступил на работу в ГНЦ РФ «ГНИИХТОС» на должность младшего научного сотрудника в лабораторию Простых и сложных гидридов и карборанов, в 2017 г закончил заочную аспирантуру при ГНЦ РФ АО «ГНИИХТЭОС». В ГНЦ РФ АО «ГНИИХТЭОС» ГК «Ростехнологии» работает заместителем начальника лаборатории по настоящее время.

Диссертация выполнена в лаборатории Простых и сложных гидридов и карборанов ГНЦ РФ АО «ГНИИХТЭОС».

Научный руководитель – доктор химических наук, профессор, академик РАН,

Первый заместитель генерального директора – Научный руководитель АО «ГНИИХТЭОС» Стороженко Павел Аркадьевич.

В положительном Заключении ГНЦ РФ АО «ГНИИХТЭОС» о диссертационной работе Белова П.П. подробно рассматривается актуальность темы, личный вклад автора, достоверность экспериментальных данных, обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций, научная новизна полученных результатов, практическая значимость работы, полнота опубликования научных результатов.

Принято решение считать представленную диссертационную работу отвечающей настоящим требованиям п.9-14 Постановления Правительства РФ от 24 сентября 2013г №842 «О порядке присуждения ученых степеней», а ее автор Белов П.П. заслуживающим присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ. и рекомендовать к защите на диссертационном совете 74.1.001.01 при ГНЦ РФ АО «ГНИИХТЭОС».

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается тем, что их область научных исследований близка к теме диссертационной работы, они известны своими достижениями и широким спектром научных трудов по данной тематике, имеют многочисленные публикации в высокорейтинговых журналах.

Официальные оппоненты:

Булычев Борис Михайлович, доктор химических наук, профессор, заведующий лабораторией химии высоких давлений кафедры Химической технологии и новых материалов Химического факультета ФГБОУ ВО «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова» и Быков А.Ю., кандидат химических наук, старший научный сотрудник лаборатории химии легких элементов и кластеров ФГБУН Института общей и неорганической химии имени Н.С. Курнакова РАН дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, г. Москва в своем положительном отзыве, подписанном

доктором химических наук по специальности химия элементоорганических соединений, заведующим Лабораторией алюминий- и борорганических соединений Сиваевым Игорем Борисовичем указала, что диссертантом была успешно выполнена поставленная перед ним задача – разработан эффективный малоотходный способ получения декаборана-14, основанный на взаимодействии тетрагидробората натрия и бутилбромиды с последующим окислением образующегося тетрадекагидроундекабората натрия ацетоном в кислой среде. Разработано аппаратное оформление процесса и создано опытное производство получения декаборана-14, проведена отработка технологии и организован выпуск декаборана-14, что позволило обеспечить текущую потребность российских потребителей в карборанах.

Работа Белова П.П. представляет собой законченное современное научное исследование, имеющее как теоретический, так и несомненный практический интерес. По своей новизне, объему, научному и практическому значению диссертация Белова П.П. соответствует критериям п.9-14 Постановления Правительства РФ от 24 сентября 2013г №842 «О порядке присуждения ученых степеней», а ее автор Белов П.П. заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ.

Соискатель имеет 13 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации опубликовано 13 работ, из них 2 статьи в российских журналах, рекомендованных ВАК, 1 патент, 10 тезисов докладов на конференциях в том числе с международным участием.

В этих публикациях основное содержание работы отражено в полном объеме, поскольку в них описана разработка и подробное изучение высокоэффективного процесса получения $B_{10}H_{14}$, основанного на взаимодействии боргидрида натрия с Льюисовыми кислотами и галоидными алкилами, а также поиском альтернативных окислителей тетрадекагидроундекаборат – иона ($B_{11}H_{14}^-$) в декаборан с созданием современной малоотходной технологии и опытного производства декаборана.

Объем научных изданий составляет 10 листов.

Наиболее значимые опубликованные научные работы по теме диссертации:

1. Белов, П. П. Получение декаборана взаимодействием ундекабората натрия с мягкими органическими окислителями/ П.П. Белов, П. А. Стороженко, Н. С. Волошина, М. Г. Кузнецова // Журнал прикладной химии. - 2017. - № 11. – С. 1498–1503.

2. Волошина, Н.С. Особенности окисления ундекабората натрия до декаборана диоксидом марганца/ Волошина Н. С., Белов П. П., Стороженко П. А., Шебашова Н.М., Козлова Е.Е., Егорова Н.В., Кузнецова М. Г., Гуркова Э.Л. // Журнал прикладной химии. - 2020. - № 6. – С. 809-814.

3. Пат. 2610773 Российская Федерация, МПК С01В 35/18. Способ получения декаборана [Текст]/ П.А. Стороженко, Н.С. Волошина, П.П. Белов, Н.М. Шебашова, Э.Л. Гуркова; заявитель и патентообладатель Акционерное общество "Государственный Ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт химии и технологии элементоорганических соединений" (АО "ГНИИХТЭОС"), Россия. – № 2016102974; заявл. 29.01.2016; опубл. 15.02.2017

На автореферат диссертации поступили 8 положительных отзывов.

Отзыв АО «Центральный научно-исследовательский институт специального машиностроения»

1. В автореферате отсутствуют данные о наличии нормативной документации (ТУ, ГОСТ) на продукт декаборан, а также технические и физико-химические характеристики декаборана, полученного на опытной установке.

2. Одной из целей работы была разработка более экологически чистого метода получения декаборана, однако из автореферата неясно, удалось ли ее достичь.

3. На рисунке 10 отсутствуют обозначения компонентов пилотной установки.

Отзыв Институт проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения РАН

Полностью положительный.

Отзыв АО НЦ «Малотоннажная химия»

1. Численные значения выхода продуктов (в г и в %) необходимо сопровождать указанием погрешности их измерения, Таблицы 1-4 и 8-12. Для примерно равных по массе выходов в граммах в одних таблицах даются значения с точностью до сотых долей грамма, а в других – до десятых. Процент конверсии приводится в Таблице 10 с точностью до сотых долей, в Таблице 11 – до десятых долей, а судя по данным Таблицы 12, воспроизводимость составляет не более 1%.

2. Замечание редакционного характера. Подпись к Рисунку 7 «Зависимость объёма промежуточного слоя и скорости газовыделения от времени» правильнее сформулировать как «Зависимость объёма промежуточного слоя и объёма газовыделения от времени».

Отзыв РТУ МИРЭА кафедры «Химия и технология элементоорганических соединений им. К.А. Андрианова

Полностью положительный.

Отзыв АО Композит

- в автореферате отсутствуют краткое описание итогового техпроцесса получения декаборана и основные количественные характеристики процесса, такие как съём продукта с литра реакторного оборудования, количество отходов и др.;

- не указаны технические требования к сырью и характеристики товарного декаборана;

- в автореферате говорится об обеспечении потребностей основных отечественных потребителей, однако работа посвящена декаборану.

Отзыв Научно-производственного центра «Алтай»

- при получении продукта с выходом свыше 100% (стр. 12 автореферата; табл. 3,4), автор сделал вывод о нестехиометричности уравнения окисления ундекаборана не убедив нас, что им синтезированы химически чистые образцы продукта. Напротив, на стр. 21 автореферата описано, что «...полученный декаборан содержал однотипную борную примесь в кол-ве 3-5%...». Возможно, соискателю корректнее было бы оперировать выходами с поправкой на химическую чистоту образцов декаборана, или на выход продукта. Очищенного перекристаллизацией.

Отзыв центрального научно-исследовательского института химии и механики

- на стр. Завтореферата автор делает весьма смелое заявление о повышении дальности полета в 2 раза, что при реализации на практике вызывает сомнения;
- в содержании автореферата дана абстрактная формулировка о производительности разработанной автором установки.

Отзыв ИНЭОС РАН лаборатория Тонкого органического синтеза

Полностью положительный.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработан новый высокоэффективный способ и технология получения декаборана;

найден новый класс окислителей иона $B_{11}H_{14}^-$, позволивший сократить количество твёрдых отходов производства и увеличить выход целевого продукта;

установлена точная стехиометрия реакции окисления $B_{11}H_{14}^-$ до декаборана;

найденны оптимальные технологические режимы для каждой стадии, подобраны соотношения реагентов, обеспечивающие максимальный выход целевого продукта и минимальное количество отходов.

Теоретическая значимость исследования обусловлена тем, что:

- **найденны** новые высокоэффективные органические окислители (альдегиды и кетоны), позволяющие получать декаборан через промежуточную соль щелочного металла с высоким выходом;
- **проведен** полный анализ процесса окисления ундекабората натрия, предложена новая стехиометрия реакции;
- **рассмотрен** процесс окисления ундекаборат-иона диоксидом марганца до декаборана;
- **проанализировано** влияние строения кристаллической решетки полиморфных модификаций диоксида марганца (α -, β -, γ -, δ -) на его активность в реакции окисления ундекаборат-иона;
- **установлено**, что выход ундекаборана достигает максимума, если MnO_2 , полученный путем взаимодействия водных растворов $MnSO_4$ и $KMnO_4$ в

варьируемых условиях имеет преимущественно аморфную форму ($\delta\text{-MnO}_2$); – **предложена** на основании результатов эксперимента новая стехиометрия реакции окисления, которая учитывает влияние различной активности полиморфных модификаций MnO_2 на процесс образования декаборана.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что создана высокоэффективная малоотходная технология получения декаборана, монтаж и ввод в эксплуатацию в АО «ГНИИХТЭОС» опытной установки получения декаборана, мощность которой позволила обеспечить существующую годовую потребность в карборановых соединениях всех российских потребителей (АО ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина», АО ММЗ «АВАНГАРД», ОАО «Металлист-Самара», АО «Дубненский машиностроительный завод им. Н.П. Фёдорова», ПК «Салют», АО «МПО им. И. Румянцева», АО «ОДК», АО ТМКБ «Союз», ООО «Элма-Хим» и др.).

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ был использован широкий комплекс физико-химических исследований (спектроскопия ЯМР и ИК, элементный анализ, гельпроникающая хроматография, термогравиметрический анализ, дифференциальная сканирующая калориметрия, просвечивающая электронная микроскопия, сканирующая электронная микроскопия, рентгеновский элементный микроанализ, рентгенофазовый анализ);

теория, изложенная в работе, построена на совокупности известных, проверенных данных, которые согласуются с экспериментальными результатами диссертационной работы;

идея базируется на анализе и обобщении передового опыта российских и зарубежных исследователей в области получения модифицированных карбосиланов;

использованы известные подходы и соответствующие решаемым задачам методы обработки и теоретического анализа экспериментальных результатов;

установлено, что полученные автором результаты не противоречат данным, приведенным в современной научно-технической литературе;

обобщены и опубликованы основные теоретические выводы в виде статей в профильных изданиях.

Личный вклад автора

Результаты, включённые в диссертацию, получены лично автором или при его непосредственном участии. Соискатель самостоятельно планировал, выполнял и анализировал результаты экспериментов, участвовал в интерпретации полученных экспериментальных данных, формулировке выводов и написании публикаций, представлял работу на международных и всероссийских конференциях. Монтаж, ввод в эксплуатацию опытной установки и отработка процесса на ней осуществлялись при непосредственном участии и под руководством автора.

Материал диссертации изложен аргументированно, последовательно и логично. Автореферат полностью отражает содержание диссертационной работы, которая соответствует паспорту специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ.

Полученные результаты могут быть рекомендованы к использованию в МГУ им. М.В. Ломоносова, РХТУ им Д.И. Менделеева, РТУ МИРЭА, ИНЭОС им. А.Н. Несмеянова РАН, Казанском (Приволжском) федеральном университете, ИОФХ им. А.Е. Арбузова, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, АО «ВНИИНМ», ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина, АО «Композит» и других предприятиях, в целом ряде связанных с разработкой, получением и применением соединений на основе каркасных производных борводородов. Соискатель Белов П.П. ответил на задаваемые ему в ходе заседания вопросы и привел собственную обоснованную аргументацию.

На заседании 8 февраля 2023 года диссертационный совет принял решение: за решение научной проблемы, имеющей важное социально-экономическое, хозяйственное значение присудить Белову Павлу Павловичу степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек (из них 6 докторов наук по профилю рассматриваемой диссертации 2.6.7. Технология неорганических веществ, участвовавших в заседании, из 21 человека, входящего в состав совета, проголосовали: за присуждение ученой степени - 15, против присуждения ученой степени - нет, воздержавшихся - нет.

Зам. председателя
диссертационного совета

 Гусейнов Ширин Латифович

Ученый секретарь
диссертационного совета

 Кирилина Надежда Ивановна

05.02.2023г

