

«УТВЕРЖДАЮ»



И. о. заместителя управляющего

директора по науке

АО «ГНИИХТЭОС»

*В.А. Шарапов*  
В.А. Шарапов

«30» июня 2022 г.

## Заключение

### О диссертационной работе Белова П.П. на тему:

«Разработка эффективных процессов синтеза декаборана и технологии его получения», представленной на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.7 - Технология неорганических веществ.

**Выписка:** из протокола №2 заседания секции Учёного совета «Металлорганических, неорганических соединений и композиционных материалов» ГНЦ РФ АО «ГНИИХТЭОС» от 30 июня 2022 г.

**Присутствовали:** 7 из 12 членов секции, входящих в состав секции и приглашённые специалисты института.

**Слушали:** сообщение соискателя Белова П.П. о законченной диссертационной работе на тему «Разработка эффективных процессов синтеза декаборана и технологии его получения», представленной на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.7 - Технология неорганических веществ. В ходе обсуждения диссертанту были заданы следующие вопросы:

**Жигалов Д.В.** (начальник лаборатории специальных волокон и компонентов композиционных материалов): Как изменилась стоимость декаборана, произведенного по новой технологии, в сравнении с импортным продуктом? Каков порядок цен? Какие показатели качества у выпускаемого декаборана?

**Косых В.А.** (к.т.н., ведущий научный сотрудник лаборатории компонентов и специальных высокоэнергетических систем): Как в вашей технологии решена проблема большого количества кристаллических отходов, относящихся к I классу опасности?

**Гусейнов Ш.Л.** (д.т.н., заместитель генерального директора по науке - главный конструктор): Ранее, до вас кто-нибудь уже использовал этот метод для получения декаборана?

**Ширяев В.И.** (д.х.н., ведущий научный сотрудник лаборатории оловоорганических соединений): Чему посвящен литературный обзор?

На все заданные вопросы диссертант дал исчерпывающие и обстоятельные ответы.

По данной работе выступили: рецензент - доктор химических наук, начальник сектора Поисковых исследований А.В. Лебедев, научный руководитель - академик РАН, доктор химических наук, профессор, Научный руководитель - первый заместитель управляющего директора П.А. Стороженко.

В обсуждении приняли участие: доктор химических наук, профессор, академик РАН П.А. Стороженко, доктор химических наук, начальник сектора Поисковых исследований А.В. Лебедев, доктор химических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории оловоорганических соединений В.И. Ширяев, кандидат технических наук, научный сотрудник лаборатории компонентов и специальных высокоэнергетических систем В.А. Косых, начальник лаборатории специальных волокон и компонентов композиционных материалов Д.В. Жигалов, доктор технических наук, заместитель генерального директора по науке - главный конструктор Ш.Л. Гусейнов.

В результате обсуждения диссертационной работы и обмена мнениями установлено:

### Актуальность темы

Материалы на основе карборанов обладают уникальными физико-химическими характеристиками и способны выдерживать длительное воздействие высоких температур (более 400°C). Спирты карборанового ряда используются для получения большого количества полимеров, таких как карборансодержащие полиэферы, карборансилоксановые полимеры и др. Структурномодифицированные материалы, получаемые путем введения карборансодержащих фрагментов в структуру исходных мономеров или полимерных соединений, обеспечивают значительное увеличение прочности полученных материалов при высоких температурах, недостижимых для органических аналогов.

Супертермостойкие клеи на основе карборановых соединений обладают высокой адгезией к металлам и неметаллам, большой коррозионной устойчивостью и атмосферостойкостью, используются в ракетно-космической и авиационной технике, в точном машиностроении, автомобилестроении, на предприятиях атомной и электронной промышленности. Они имеют температуры эксплуатации от минус 60 до 600°C.

Высокоэнергетические составы на основе карборанов на 20-50% увеличивают эффективность гиперзвуковых летательных аппаратов.

В последнее время в крупнейших онкологических клиниках мира начала применяться нейтронзахватная терапия на основе производных карборанов, содержащих стабильный изотоп  $^{10}\text{B}$  (Boron Neutron Capture Therapy). Нейтронзахватная терапия более эффективна и безопасна, чем стандартная рентгенотерапия, особенно при лечении поражений мозга. В настоящее время этот вид лечения находится в фазе развития.

Основным и ключевым исходным соединением для получения всех карборанов является декаборан. Наиболее изученным способом синтеза декаборана является пиролиз диборана. Однако этот способ обладает целым рядом существенных недостатков, основными из которых являются

использование в качестве сырья токсичного самовоспламеняющегося на воздухе пожаровзрывоопасного диборана, образование в процессе синтеза в качестве побочных продуктов не менее опасных пентаборана-9 и пентаборана-11, а также большого количества гидрированных борсодержащих смол, загрязняющих продукт. Кроме того, процесс проводится при высоких температурах, является взрывоопасным из-за неконтролируемого распада борводородов, очень сложен в аппаратурном оформлении и отличается трудоёмкой стадией выделения чистого декаборана.

Актуальность представленной работы обусловлена поиском новых способов высокоэффективного безопасного получения декаборана и созданием технологии на их основе.

#### **Личный вклад автора**

Результаты, включённые в диссертацию, получены лично автором или при его непосредственном участии. Соискатель самостоятельно планировал, выполнял и анализировал эксперименты, участвовал в интерпретации полученных результатов, 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.

**Достоверность экспериментальных данных**, обоснованность положений и выводов диссертации подтверждается результатами, полученными с помощью современных физико-химических методов исследования, соответствием экспериментальных результатов исследований теоретическим расчётам, публикацией результатов в ведущих журналах, апробацией основных результатов работы, представленных на международных и всероссийских конференциях. Результаты исследования были интерпретированы на основании статистически обработанных данных,

что обеспечивает достоверность количественных оценок и исключает субъективность заключений.

**Обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций,** представленных в диссертации, базируется на экспериментальном материале, тщательной литературной проработке и подтверждается результатами синтезов, проведенных на опытной установке.

#### **Научная новизна полученных результатов**

1. Разработан новый высокоэффективный способ и технология получения декаборана.
2. Найден новый класс окислителей иона  $B_{11}H_{14}^-$ , позволивший сократить количество твёрдых отходов производства и увеличить выход целевого продукта.
3. Установлена точная стехиометрия реакции окисления  $B_{11}H_{14}^-$  до декаборана.
4. Найден оптимальные технологические режимы для каждой стадии, подобраны соотношения реагентов, обеспечивающие максимальный выход целевого продукта и минимальное количество отходов.

#### **Практическая значимость работы**

Разработана высокоэффективная технологии получения декаборана, смонтирована и введена в эксплуатацию в АО «ГНИИХТЭОС» опытная установка 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.).

**Полнота опубликования научных результатов.** Секция Учёного совета «Металлорганических, неорганических соединений и композиционных материалов» отмечает достаточную полноту публикаций научных результатов диссертационной работы Белова П.П., в том числе:

### Статьи:

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.

### Тезисы докладов:

3. Печурина, С.Я. Непиролитический способ получения декаборана/ С.Я. Печурина, Н.С. Волошина, П.П. Белов // Всероссийская молодежная научная конференция с международным участием «Инновации в материаловедении» (ИнМат-2013). - Москва, - 2013. – С. 38.

5. Белов, П.П. Непиролитический способ получения декаборана/ П.П. Белов, П.А. Стороженко, Н.С. Волошина, С.Я. Печурина // X Международная научно - практическая конференция "Наука и техника: шаг в будущее 2014". - Прага. - 2014. – С. 87-90.

5. Белов, П.П. Необычное окисление ундекаборат иона как новый метод синтеза декаборана(14) / П.П. Белов, Н.С. Волошина, П.А. Стороженко, С.Н. Дугин // Третий Междисциплинарный Симпозиум по Медицинской, Органической и Биологической Химии и Фармацевтике 2017 (МОБИ-ХимФарма 2017). – Севастополь. – 2017. – С. 82.

6. Belov, P. An unexpected oxidation of undecaborate ion as a new method for synthesis of decaborane(14) / P. Belov, N. Voloshina, P. Storozhenko, S. Dugin // 8th International IUPAC Symposium « Macro-and Supramolecular Architectures and materials» (МAM-17). – Sochi. – 2017. – P. 140.

7. Пасько, В.И. Исследование кинетики реакции образования дикарболлида кобальта методом спектроскопии ЯМР на ядрах  $^{11}\text{B}$  / В.И. Пасько, С.Н. Дугин, П.П. Белов, О.В. Алексеенко, Э.Л. Гуркова, М.Г.

Кузнецова, А.В. Кисин, П.А. Стороженко // XIV Международная конференция «Спектроскопия координационных соединений», включая школу молодых ученых «Современные физико-химические методы в координационной химии». – Краснодар. – 2017. – С. 234-235.

8. Belov, P. An unexpected oxidation of undecaborate ion as a new method perspective pharmacophores synthesis / P. Belov, N. Voloshina, P. Storozhenko, S. Dugin // 3rd Russian Conference on Medicinal Chemistry. – Kazan. - 2017. – P. 218.

9. Belov P. Boron oxidative extraction as a method for decaborane (14) synthesis / P. Belov, N. Voloshina, P. Storozhenko, S. Dugin // 27th International Chugaev Conference on Coordination Chemistry and 4th Conference-School for Young Researchers “Physicochemical Methods in Coordination Chemistry”. - Nizhny Novgorod. – 2017. – P. 302.

10. Белов, П.П. Окисление ундекаборатов как новый способ получения многофункциональных материалов/ П.П. Белов, П.А. Стороженко, Н.С. Волошина, С.Н. Дугин // XIV Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов "Физико-химия и технология неорганических материалов" (с международным участием). – Москва. – 2017. – С. 503-504.

11. Belov P.P. The oxidation of undecaborate as a new method of producing of multifunctional materials / P.P. Belov, P.A. Storozhenko, N.S. Voloshina, S.N. Dugin, E.L. Gurkova // Третий междисциплинарный молодежный форум с международным участием «Новые материалы» – Moscow. – 2017. – P. 482-483.

12. Belov P.P. Development of pilot decaborane production technology based on sodium undecaborate oxidation by acetone / P.P. Belov, N.S. Voloshina, P.A. Storozhenko, N.M. Shebashova, E.L. Gurkova // Vth INTERNATIONAL CONFERENCE “ACTUAL SCIENTIFIC & TECHNICAL ISSUES OF CHEMICAL SAFETY” ASTICS-2020. – Kazan. - 2020. – P. 161-162.

Патент:

13. Пат. 2610773 Российская Федерация, МПК C01B 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 Орден Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт химии и технологии элементоорганических соединений" (АО "ГНИИХТЭОС"), Россия. – № 2016102974; заявл. 29.01.2016; опубл. 15.02.2017

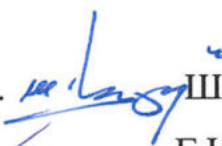
Постановили:

1. Считать представленную диссертационную работу отвечающей требованиям п. 9 Положения ВАК о присуждении учёных степеней, предъявляемым к диссертациям на соискание учёной степени кандидата технических наук.
2. Рекомендовать с учётом замечаний данную работу к защите на диссертационном совете 74.1.001.01 при ГНЦ РФ АО «ГНИИХТЭОС».

Решение принято единогласно.

Председатель учёного совета

«Металлоорганических, неорганических

соединений и композиционных материалов», д.т.н.  Ш.Л. Гусейнов

Учёный секретарь секции, д.х.н.

 Г.И. Щербакова

Исполняющий обязанности заместителя управляющего директора по науке АО «Государственный ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт химии и технологии элементоорганических соединений» (АО «ГНИИХТЭОС»), кандидат химических наук В.А.Шарапов

Россия, 105118, Москва, шоссе Энтузиастов, 38

Тел.: (495) 673-44-82, E-mail: ous@eos.su