

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 004.002.01 НА БАЗЕ
ФГБУН Института высокотемпературной электрохимии УрО РАН
ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

Решение диссертационного совета от 17 октября 2018 г., № 5
о присуждении Никитину Вячеславу Сергеевичу, гражданину РФ,
ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Формирование рыхлых осадков цинка при стационарных и нестационарных режимах электролиза» по специальности 05.17.03 – «Технология электрохимических процессов и защита от коррозии» принята к защите 13 июля 2018 г., протокол № 4, диссертационным советом Д 004.002.01, созданным на базе ФГБУН Института высокотемпературной электрохимии Уральского отделения РАН, 620990, г. Екатеринбург, ул. Академическая, 20; приказ № 105/нк от 11.04.2012.

Соискатель Никитин Вячеслав Сергеевич 1992 года рождения, в 2014 году окончил ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина» (УрФУ); в 2018 г. окончил аспирантуру там же; работает инженером-исследователем кафедры технологии электрохимических производств УрФУ.

Диссертация выполнена на кафедре технологии электрохимических производств Химико-технологического института УрФУ.

Научный руководитель – Останина Татьяна Николаевна, доктор химических наук, профессор кафедры технологии электрохимических производств УрФУ.

Официальные оппоненты:

Соловьева Нина Дмитриевна, доктор технических наук, профессор кафедры «Технология и оборудование химических, нефтегазовых и пищевых производств» Энгельсского технологического института (филиала) ФГБОУ ВО «Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А.»

Гришенкова Ольга Владимировна, кандидат химических наук, научный сотрудник лаборатории электродных процессов Института высокотемпературной электрохимии Уральского отделения РАН *дали положительные отзывы на диссертацию.*

Ведущая организация ФГБУН Институт металлургии Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург, в своём положительном отзыве, подписанном Гельчинским Борисом Рафаиловичем, доктором физико-математических наук, заведующим лабораторией порошковых, композиционных и наноматериалов, указала, что диссертация содержит новое решение актуальной задачи установления количественных закономерностей формирования рыхлых осадков цинка в процессе стационарных и импульсных режимов электролиза, знание которых необходимо для получения продукта с требуемыми свойствами.

Соискатель имеет 25 опубликованных работ, в том числе 14 работ по теме диссертации, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано **7 статей**.

Наиболее значимые научные работы:

1. Ostanina, T.N. Determination of the surface of dendritic electrolytic zinc powders and evaluation of its fractal dimension / T.N. Ostanina, V.M. Rudoi, **V.S. Nikitin**, A.B. Darintseva, O.L. Zalesova, N.M. Porotnikova // Russ. J. Non Ferr. Met. – 2016. – V. 57; № 1. – P. 47-51. (Доля авторского вклада 40 %).

2. Ostanina, T.N. Change in the physical characteristics of the dendritic zinc deposits in the stationary and pulsating electrolysis / T.N. Ostanina, V.M. Rudoy, **V.S. Nikitin**, A.B. Darintseva, S.L. Demakov // J. Electroanal. Chem. – 2017. – V. 784. – P. 13-24. (Доля авторского вклада 40 %.)

3. **Nikitin, V.S.** Determination of the surface area of loose metal deposits by impedance spectroscopy / V.S. Nikitin, V.M. Rudoi, T.N. Ostanina, E.A. Dolmatova // J. Anal. Chem. – 2017. – V. 72; №. 4. – P. 390-395. (Доля авторского вклада 50 %).

4. **Никитин, В.С.** Влияние параметров режима импульсного потенциала на концентрационные изменения в объеме рыхлого осадка цинка и его свойства / Никитин В.С., Останина Т.Н., Рудой В.М. // Электрохимия. – 2018. – Т. 54; № 9. С.767-773. (Доля авторского вклада 60 %).

На автореферат прислали положительные отзывы:

1. Доктор химических наук **Вигдорович В.И.**, главный научный сотрудник лаборатории защиты от коррозии сельскохозяйственной техники Всероссийского научно-исследовательского института использования техники и нефтепродуктов в сельском хозяйстве (г. Тамбов). Заданы вопросы:

- Зачем приводятся данные, касающиеся рыхлых осадков меди?

- Мог ли выделяться водород за счет саморастворения цинка?

2. Кандидат технических наук **Мухин В.А.**, профессор кафедры неорганической химии химического факультета Омского государственного университета:

- Нет обоснования выбора электролита для получения осадков цинка.

3. Кандидат технических наук **Виноградова С.С.**, декан факультета химических технологий Казанского национального исследовательского технологического университета:

- Непонятен принцип выбора электролита для получения рыхлых осадков цинка.

- Нет данных по определению удельной поверхности порошка меди методом БЭТ.

- Не ясен принцип определения переходного времени, входящего в параметр k .

4. Доктор технических наук **Липкин М.С.**, заведующий кафедрой «Химические технологии» Южно-Российского государственного политехнического университета, г.Новочеркасск:

- В чём преимущество цинкатного электролита перед другими?

- О какой предшествующей химической реакции идет речь на с. 8?

5. Доктор химических наук **Марков В.Ф.**, заведующий кафедрой физической и коллоидной химии Уральского федерального университета, г. Екатеринбург:

- Почему выход по току цинка высок при потенциалах менее -1,5В (нвэ)?

6. Доктор технических наук **Скопов Г.В.**, главный специалист Управления стратегического планирования ООО «УГМК-Холдинг», г. Верхняя Пышма:

- Насколько полученные результаты готовы к промышленному использованию?

7. Доктор химических наук **Попова С.С.**, профессор кафедры «Технология и оборудование химических, нефтегазовых и пищевых производств» Энгельсского технологического института:

- Почему в работе, посвященной осадкам цинка, приведены данные по меди?

- Как себя ведет неполяризованный цинковый электрод в цинкатном электролите?

- Как соотносятся данные по импедансу в сульфатном и цинкатном растворах?

8. Доктор химических наук **Дресвянников А.Ф.**, заведующий кафедрой «Технология электрохимических производств» Казанского национального

исследовательского технологического университета и д.х.н. **Колпаков М.Е.**, профессор той же кафедры:

- В задачах диссертационной работы не упомянуты осадки меди.
- Нет исчерпывающих пояснений насчет фрактальной размерности осадков.

9. Кандидат технических наук **Шишкина С.В.**, профессор кафедры технологии неорганических веществ и электрохимических производств Вятского государственного университета:

- Какая предшествующая химическая реакция осложняет катодный процесс?
- Что значит «активное удлинение осадка» (стр. 21)?

10-12. Доктор технических наук **Ковенский И.М.**, заведующий кафедрой «Материаловедение и технология конструкционных материалов» Тюменского индустриального университета, доктор технических наук Варенцов **В.К.**, ведущий научный сотрудник лаборатории электрохимии гетерогенных систем Института химии твердого тела и механохимии СО РАН, доктор химических наук **Смирнова Н.В.**, профессор кафедры «Химические технологии» Южно-Российского государственного политехнического университета, г.Новочеркасск. Без вопросов и замечаний.

Обоснование выбора официальных оппонентов и ведущей организации.

Оппоненты являются признанными специалистами в области электроосаждения металлов в стационарных и нестационарных режимах (Н.Д. Соловьева), теории электрокристаллизации (О.В. Грищенко). Ведущая организация Институт металлургии Уральского отделения РАН известна научному сообществу своими исследованиями физико-химических процессов в металлургии, в том числе при получении металлических порошков.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований

разработаны методики оценки площади поверхности рыхлых осадков металлов *in situ* с использованием электрохимических методов (хронопотенциометрии и импедансной спектроскопии), позволившие установить, что поверхность рыхлых осадков цинка обладает фрактальными свойствами вплоть до масштаба 10 нм (величина фрактальной размерности 2,60-2,75);

предложены критерии, определяющие условия получения рыхлых осадков с заданными морфологией и физическими характеристиками: при контроле тока отношение времени импульса к переходному времени, при контроле потенциала - отношение катодного количества электричества в импульсе к анодному в паузе;

доказано, что уменьшение удельной поверхности в 4-9 раз и увеличение плотности в 5-8 раз рыхлых осадков цинка в импульсных режимах по сравнению с электролизом при постоянном токе или потенциале обусловлено снижением диффузионных ограничений вследствие периодического увеличения концентрации разряжающихся ионов у поверхности осадка.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказано, что в режимах постоянного и импульсного тока дифференциальный выход по току цинка изменяется во время электролиза от 0,76 до величины, близкой к 1, в результате увеличения электрохимически активной поверхности осадка, приводящего к снижению интенсивности выделения водорода;

применительно к проблематике диссертации результативно использован комплекс современных методов, в том числе электрохимических экспериментальных методик (вольтамперометрия, хронопотенциометрия, хроноамперометрия и импедансная спектроскопия), метод БЭТ и сканирующая электронная микроскопия для оценки структурных свойств рыхлых осадков цинка и метод интервального анализа при статистической обработке результатов электрохимических измерений;

изложены данные об изменении потенциала и скорости роста рыхлых осадков во времени, которые позволили объяснить влияние режимов электролиза на концентрационные изменения у поверхности электрода и увеличение плотности по толщине рыхлого осадка (от 0,18 до 1,5 г/см³): скачкообразное в режимах задания тока и монотонное при контроле потенциала;

изучены факторы (время осаждения, режим электролиза, параметры импульсных режимов), определяющие скорость роста рыхлых осадков цинка в цинкатном электролите и их свойства (плотность, пористость, удельную поверхность).

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработаны методики, позволяющие определять удельную поверхность, плотность и пористость рыхлых осадков металлов *in situ* и прогнозировать свойства получаемых порошков;

определены значения критериев, которые позволяют выбрать параметры импульсных режимов задания тока и потенциала для получения осадков, обладающих различными свойствами (плотностью, пористостью) и морфологией (от шероховатых компактных до высокоразвитых дендритных).

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

результаты получены на сертифицированном оборудовании (электрохимические станции Solartron 1280С и IM6, сканирующий электронный микроскоп Mira 3 LMU) с проведением необходимой калибровки измерительных приборов, что обеспечило достаточную точность и объективность полученных данных;

идея базируется на обобщении передового опыта ведущих ученых в области получения электролитических рыхлых осадков металлов в стационарных, импульсных и реверсивных режимах электролиза;

использованы статистические методы определения погрешностей прямых и косвенных измерений, программное обеспечение MathCad и Excel для обработки массивов экспериментальных данных и нахождения параметров аналитических зависимостей выхода по току и толщины осадков от времени; программное обеспечение ZView для подбора параметров эквивалентных схем, аппроксимирующих экспериментальные годографы.

Личный вклад соискателя состоит в анализе литературных данных, планировании и проведении лабораторных экспериментов, анализе и обработке их результатов и выполнении математических расчетов, подготовке публикаций.

В соответствии с **паспортом специальности 05.17.03 – «Технология электрохимических процессов и защита от коррозии»** в работе изучены превращения вещества на межфазной границе твердый электрод – водный электролит при электроосаждении рыхлых осадков цинка и способы управления этим процессом, технологическая область – электрохимическое осаждение металлов. Областью исследования являются «теоретические основы процессов электроосаждения».

Диссертация представляет научно-квалификационную работу, в которой решена важная задача технологии электрохимических производств – установлены количественные закономерности формирования рыхлых осадков цинка в процессе стационарных и импульсных режимов электролиза.

На заседании **17 октября 2018 г.** диссертационный совет принял решение присудить **Никитину В.С.** ученую степень кандидата **химических** наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве **19** человек, из них **6** докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из **26** человек, входящих в состав совета, проголосовали: «за» – **19**, «против» – **0**, недействительных бюллетеней – **0**.

Председатель диссертационного совета

Ученый секретарь диссертационного совета



Зайков Юрий Павлович

Кулик Нина Павловна

18.10.2018