

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 24.1.045.01 НА БАЗЕ  
ФГБУН ИНСТИТУТА ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ЭЛЕКТРОХИМИИ  
УрО РАН ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ  
КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № \_\_\_\_\_

Решение диссертационного совета от 13 декабря 2023 г., № 10  
о присуждении **Трофимовой Тина-Тини Саулис Асули**, гражданке РФ,  
ученой степени кандидата химических наук

Диссертация «Структура электролитических никелевых пен и ее влияние на кинетику выделения водорода при электролизе раствора щелочи» по специальности «2.6.9. Технология электрохимических процессов и защита от коррозии» принята к защите 09 октября 2023 г., протокол № 4, диссертационным советом Д 24.1.045.01, созданным на базе ФГБУН Института высокотемпературной электрохимии Уральского отделения РАН, 620066, г. Екатеринбург, ул. Академическая, 20; приказ № 105/нк от 11.04.2012.

Соискатель Трофимова Тина-Тини Саулис Асули 19 июля 1994 года рождения в 2018 году окончила ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» (УрФУ), там же окончила аспирантуру в 2022 г., работает старшим преподавателем на кафедре технологии электрохимических производств УрФУ.

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

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

**Официальные оппоненты:**

**Соловьева Нина Дмитриевна**, профессор, доктор технических наук, профессор кафедры технология и оборудование химических, нефтегазовых и пищевых производств Энгельсского технологического института (филиал)

ФГБОУ ВО «Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А.»;

**Аписаров Алексей Петрович**, кандидат химических наук, научный сотрудник лаборатории электродных процессов и гальванотехники ФГБУН Института высокотемпературной электрохимии УрО РАН;

*дали положительные отзывы на диссертацию.*

**Ведущая организация** ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», г. Казань, в своем положительном отзыве, утвержденном и.о. проректора по научной работе и инновациям Сафиним Русланом Рушановичем, доктором технических наук, подписанном Дресвянниковым Александром Федоровичем, доктором химических наук, заведующим кафедрой технологии электрохимических производств, и профессором той же кафедры, доктором химических наук Ившиным Яковом Васильевичем, указала, что в работе изложены новые научно обоснованные решения проблемы направленного синтеза электролитических пен никеля и регулирования их структурных и электрокаталитических свойств путем изменения условий и режима электролиза.

Соискатель имеет 23 опубликованные работы, 19 из них по тематике диссертационного исследования, в том числе 6 статей в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК, 13 публикаций в материалах конференций.

Наиболее значимые научные работы:

1. Nikitin, V.S. Features of hydrogen evolution during electrodeposition of loose deposits of copper, nickel and zinc / V.S. Nikitin, T.N. Ostanina, V.M. Rudoi, **T.S. Kuloshvili (T.S. Trofimova)**, A.B. Darintseva // Journal of Electroanalytical Chemistry. – 2020. – V. 870. – P. 114230. DOI:10.1016/j.jelechem.2020.114230. Доля авторского вклада 40%.

2. **Trofimova, T.S.** Modeling of the porous nickel deposits formation and assessing the effect of their thickness on the catalytic properties toward the hydrogen evolution reaction / **T.S. Trofimova**, T.N. Ostanina, V.S. Nikitin, V.M. Rudoi, N.I.

Ostanin, A.A. Trofimov // International Journal of Hydrogen Energy. – 2021. – V. 46. – P. 16857-16867. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2021.02.093. Доля авторского вклада 70%.

3. **Трофимова, Т.С.** Влияние плотности тока на структуру электролитических пен никеля и их каталитические свойства при получении водорода. / **Т.С. Трофимова**, Т.Н. Останина, В.М. Рудой, Е.А. Мазурина // Конденсированные среды и межфазные границы. – 2023. – Т. 25, № 1. – С. 139-148. DOI: 10.17308/kcmf.2023.25/10981. Доля авторского вклада 80%.

**На автореферат прислали положительные отзывы:**

1. Доктор технических наук **Киреев С.Ю.**, декан факультета промышленных технологий, электроэнергетики и транспорта Пензенского государственного университета. Сделаны замечания:

- Не приведены результаты исследования механических свойств покрытий.
- На графиках не указаны доверительные интервалы.

2. Кандидат технических наук **Сосновская Н.Г.**, заведующая кафедрой технологии электрохимических производств Ангарского государственного технического университета и доктор химических наук **Истомина Н.В.**, профессор той же кафедры:

- Нет результатов исследования адгезионных и механических свойств осадков.
- Не рассмотрено влияние величины рН электролита на формирование осадка.

3. Доктор технических наук **Лазарев С.И.**, заведующий кафедрой “Механика и инженерная графика” Тамбовского государственного технического университета:

- Проводилась ли статистическая обработка экспериментальных данных?
- Почему не запатентован разработанный метод получения Ni пен?

4. Кандидат технических наук **Мухин В.А.**, профессор кафедры неорганической химии Омского государственного университета им. Ф.М. Достоевского. Без вопросов и замечаний.

5. Доктор химических наук **Козадеров О.А.**, заведующий кафедрой физической химии Воронежского государственного университета:

- Как повлияет на выводы о деполяризации учет истинной поверхности пен Ni?

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

- Как выбирали параметры импульсного электроосаждения?
- Как оценивалась механическая устойчивость получаемых никелевых пен?

7. Доктор химических наук **Трифонов К.И.**, профессор кафедры безопасность жизнедеятельности, экологии и химии Ковровской государственной технологической академии имени В.А. Дегтярева. Без вопросов и замечаний.

8. Кандидат химических наук **Першин П.С.**, директор НИИ водородной энергетики Химико-технологического института УрФУ, г. Екатеринбург:

- Почему в процессе осаждения пен время нахождения пузырьков водорода на поверхности катода возрастает?
- Есть ли оптимальное соотношение между количеством макро- и микропор?

Кандидат химических наук **Чемезов О.В.**, доцент кафедры металлургии цветных металлов УрФУ (г. Екатеринбург), прислал положительный отзыв на диссертацию с вопросами и замечаниями:

- Почему изменяется наклон кривых на рис. 9, с.58?
- Как согласуются два Ваших утверждения: «макропоры распространяются на всю толщину осадка (с. 91)» и «количество макропор увеличивается с ростом толщины осадка»?
- Учитывалась ли конвекция при съемке хроновольтамперометрических кривых?
- Почему так много кислорода на границе Ni – осадок (рис. 5, с. 47)?

**Обоснование выбора официальных оппонентов и ведущей организации.**

Оппоненты являются признанными специалистами в области электрохимического осаждения металлов и сплавов в водных растворах при (Н.Д. Соловьева) и солевых расплавах (А.П. Аписаров). Ведущая организация «Казанский национальный исследовательский технологический университет» известна научному сообществу своими исследованиями процессов электроосаждения металлов (включая никель) в компактной и дисперсной форме.

**Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований**

*разработана* методика расчета площади поверхности выделения водорода при параллельном восстановлении катионов никеля из водного раствора, содержащего хлориды никеля и аммония, основанная на использовании данных по измерению объема водорода и потенциала электрода в процессе электроосаждения пористых дендритных осадков никеля;

*предложена* модель, позволившая количественно описать динамику формирования структуры электролитических пен никеля и рассчитать изменение макропористости, обусловленной наличием каналов эвакуации водорода, микропористости, представляющей собой пространство между ветвями дендритов, и общей пористости в зависимости от толщины осадка; по результатам численного эксперимента вклад микропористости в общую пористость уменьшается в 2-3 раза при увеличении толщины пен от 18 до 130 мкм;

*доказано* наличие зависимости электрокаталитических свойств никелевых пен по отношению к реакции выделения водорода в растворе щелочи от их структурных характеристик (доли поверхности, занятой макропорами, соотношения макро- и микропористости), которые определяются величиной габаритной плотности тока, режимом электролиза и толщиной осадка (временем электроосаждения).

**Теоретическая значимость исследования:**

*доказано*, что при использовании никелевых пен в качестве электродов для получения водорода в растворе щелочи величина деполяризации (уменьшение перенапряжения водорода по сравнению с перенапряжением на гладком никелевом электроде) с ростом толщины осадка проходит через максимум (350-370 мВ при толщине осадков 120-140 мкм, полученных при плотности тока 0,9-1,2 А/см<sup>2</sup>), что коррелирует с изменением доли поверхности, занятой макропорами;

*применительно к проблематике диссертации результативно использован* комплекс современных методов исследования: хронопотенциометрия, линейная

вольтамперометрия, циклическая вольтамперометрия для изучения кинетики электродных процессов; рентгеноструктурный и энергодисперсионный анализ для исследования состава полученных пористых осадков; электронная и оптическая микроскопия, электрохимическая импедансная спектроскопия, метод ионного травления для анализа структуры пористых пен никеля;

*раскрыты* особенности формирования пористой структуры осадка в зависимости от габаритной плотности тока - при 0,3 и 0,6 А/см<sup>2</sup> наблюдается постепенное формирование пористой структуры в течение всего периода электролиза, а при плотностях тока 0,9 и 1,2 А/см<sup>2</sup> уже в течение 1 минуты образуется большое количество макропор, равномерно распределенных по поверхности осадка;

*изложены* результаты определения удельной поверхности пен никеля методами циклической вольтамперометрии и импедансной спектроскопии - в отсутствие реакции выделения водорода полученные значения для осадков толщиной 120 мкм составляют 250- 270 см<sup>2</sup>/см<sup>2</sup>, что в 10 раз больше площади, на которой происходит выделение водорода в растворе щелочи, где поверхность экранируется пузырьками газа;

*изучены* возможности повышения электрокаталитической активности никелевых пен путем применения режима импульсного задания тока при их получении и нанесения катализатора NiFe-P на поверхность пористого осадка никеля.

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

*определены* условия электроосаждения никелевых пен, перенапряжение выделения водорода на которых в растворе щелочи на 35-40% меньше, чем на гладком никеле: габаритная плотность тока 0,9 - 1,2 А/см<sup>2</sup>, толщина осадка не более 140 мкм, нанесение на поверхность пены катализатора NiFe-P.

**Оценка достоверности результатов исследования выявила:**

*результаты получены* на сертифицированном оборудовании (гальваностат-потенциостат AutoLab PGSTAT 302N с программным обеспечением NOVA 2.1

(Metrohm, Нидерланды), металлографический микроскоп Olympus Vx-51 (Olympus, Япония), сканирующий электронный микроскоп Tescan VEGA 4 (TESCAN, Чехия) с проведением необходимой калибровки измерительных приборов, что обеспечило достаточную точность, объективность, хорошую воспроизводимость и согласованность полученных данных;

*установлено* количественное совпадение полученных методами циклической вольтамперометрии и импедансной спектроскопии результатов оценки удельной поверхности никелевых пен, доступной для электрохимического процесса при отсутствии выделения водорода.

*Личный вклад соискателя* состоит в анализе литературных данных, планировании и проведении экспериментов, участии в обработке и интерпретации полученных результатов, подготовке и оформлении научных публикаций.

В соответствии с **паспортом специальности «2.6.9. Технология электрохимических процессов и защита от коррозии»** работа направлена на исследование «электроосаждения» никелевых пен и «электролиза» водных растворов щелочи для получения водорода (п.1), «электрохимические способы нанесения покрытий» из пористого никеля (п.3).

Результаты работы могут быть рекомендованы для использования специалистам, работающим в области получения водорода и химических источников тока (ООО «Адсорбционные газовые системы», г. Москва; НПО «Центротех», г. Новоуральск; ООО «Химэнерго», г. Екатеринбург; АО «Уралхиммаш», г. Екатеринбург), а также в образовательных и научно-исследовательских организациях (Российский химико-технологический университет имени Д. И. Менделеева, г. Москва, Институт физической химии и электрохимии им. А. Н. Фрумкина, г. Москва, Казанский национальный исследовательский технологический университет, Московский энергетический институт, Уральский федеральный университет, г. Екатеринбург).

В ходе защиты диссертации соискатель Трофимова Т.С. ответила на заданные ей вопросы; при обсуждении критические замечания не были сделаны.

На заседании 13 декабря 2023 г. диссертационный совет постановил: за решение научной задачи, важной для развития технологии электрохимических процессов и защиты от коррозии – установление закономерностей формирования электролитических никелевых пен и обоснование взаимосвязи между условиями их электроосаждения и электрокаталитическими свойствами применительно к процессу выделения водорода при электролизе щелочных растворов – присудить Трофимовой Т.С. ученую степень кандидата химических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве **18** человек, из них **7** докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из **27** человек, входящих в состав совета, проголосовали: «за» – **18**, «против» – **0**, недействительных бюллетеней **0**.

Председатель диссертационного совета

доктор химических наук

Ученый секретарь

диссертационного совета

кандидат химических наук

15.12.2023



Зайков Юрий Павлович

Кулик Нина Павловна