УТВЕРЖДАЮ
Директор ИМЕТ УрО РАН,
академик РАН, профессор,
доктор физико-математических наук
_____ А. А. Ремпель
подпись
« 21 » августа 2025 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии имени академика Н.А.Ватолина Уральского отделения Российской академии наук на диссертационную работу Хотова Астемира Андзоровича «Электрохимический синтез интерметаллических и тугоплавких соединений диспрозия в галогенидных расплавах», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.6. Электрохимия

Актуальность работы обусловлена разработкой научных основ электрохимического синтеза интерметаллических и тугоплавких соединений диспрозия в галогенидных расплавах. Этот синтез является эффективным методом получения функциональных материалов Dy_xMe_y (Me – Fe, Co, Ni), Dy_xB_y, Dy_xSi_y для высокотехнологичных отраслей, альтернативный энергоёмким традиционным технологиям. Работа восполняет пробел в понимании механизмов совместного электровосстановления ионов Dy^{3+} с ионами металлов триады железа, бора и кремния, что вносит вклад в развитие научных представлений о реакциях в высокотемпературных ионных средах.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и заключений соискателя, сформулированных в диссертации.

Диссертационная работа Хотова А.А. выполнена с использованием современных электрохимических и физико-химических методов, передового научного оборудования. Основу научных положений, выводов и заключений, содержащихся в диссертации, составляет совокупность систематических исследований, реализованных с применением комплекса экспериментальных методик и теоретических оценок. Все это, наряду с привлечением достаточно большого числа российских и международных литературных источников по теме диссертации, позволяет сделать вывод о достоверности и обоснованности проведенных исследований, сформулированных положений и заключений.

Научная новизна и теоретическая значимость диссертационного исследования.

Разработаны физико-химические основы высокотемпературного электрохимического синтеза интерметаллических и тугоплавких соединений диспрозия с металлами триады железа, бором и кремнием:

- Установлены закономерности электрохимического поведения ионов диспрозия Dy^{3+} в хлоридных и хлоридно-фторидных расплавах.

- Впервые осуществлено совместное электровосстановление ионов диспрозия с ионами металлов триады железа (Ni^{2+}, Co^{2+}, Fe^{3+}) в эвтектическом KCl-NaCl-CsCl и эквимольном KCl-NaCl расплавах, а также с фторборат и фторсиликат-ионами в хлоридно-фторидном расплаве KCl-KF (0,55:0,45).

- Измерением потенциалов плато на хронопотенциограммах разомкнутой цепи (относительно условного стандартного электродного потенциала Dy3+/Dy0) получены значения ЭДС для двухфазных областей фазовой диаграммы Dy-Ni. Рассчитаны парциальные мольные величины энергии Гиббса и активности диспрозия в интерметаллических соединениях $DyNi_5$, Dy_2Ni_7, $DyNi_3$, $DyNi_2$.

Практическая значимость результатов работы

- Реализован электрохимический синтез порошков интерметаллидов диспрозия с ионами металлов триады железа $DyMe_5$, Dy_2Ni_7, $DyMe_3$, $DyMe_2$ (Me – Ni, Co, Fe) в расплавах KCl-NaCl-CsCl и KCl-NaCl, а также боридов и силицидов диспрозия в расплаве KCl-KF.

- Определены параметры (потенциал электролиза, плотность тока) электрохимического синтеза интерметаллических и тугоплавких соединений диспрозия с металлами триады железа, бором и кремнием в лабораторных электролизёрах.

- Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологии электрохимического получения ультрадисперсных порошков интерметаллидов и тугоплавких соединений диспрозия с металлами триады железа, бором и кремнием.

Структура и основные характеристики диссертационной работы:

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка использованной литературы из 185 наименований. Работа изложена на 151 странице текста, содержит 6 таблиц, 77 рисунков.

Диссертационная работа логично построена и обладает внутренним единством. В первой главе детально проанализированы литературные данные, приведены методики экспериментов, описана конструкция высокотемпературной электрохимической ячейки, а также способы подготовки исходных реактивов. Подробно описаны методы анализа и диагностики синтезированных продуктов. Во второй главе приведены результаты исследования совместного электровосстановления ионов диспрозия и ионов металлов триады железа в эвтектическом KCl-NaCl-CsCl и эквимольном KCl-NaCl расплавах. В третьей главе представлены результаты реализации высокотемпературного электрохимического синтеза интерметаллических соединений диспрозия с ионами металлов триады железа. Четвертая глава посвящена исследованию процесса совместного электровосстановления ионов диспрозия, бора и кремния в галогенидном расплаве KF-KCl при 973 K.

Вопросы и замечания по работе:

1.С.26. При подготовке солей, продували ли расплав хлороводородом или хлором? Присутствие примесей (особенно гидроксильных ионов) может приводить к побочным реакциям: образованию оксихлоридов и удалению ионов РЗМ из расплава в виде шламов.

2. Удавалось ли точно идентифицировать участки стабилизации потенциала (плато) на хронопотенциограммах с соответствующими двухфазными областями на фазовых диаграммах?

3. С.86. Значения энергии Гиббса (для сравнения разных интерметаллидов) лучше приводить не в кДж/моль, а в кДж/моль атомов (или кДж/г·ат).

4. С.89. «Анализ СЭМ и ЭДА картины показывает, что Dy хорошо диспергируется в фазе интерметаллида». Здесь нельзя говорить о диспергировании (т.е. измельчении). Можно видеть достаточно равномерное распределение элемента по анализируемому участку. Далее, лучше было бы привести снимок не для secondary electrons (SE) датчика, а для back-scattering electrons (BSE) датчика, позволяющего наблюдать фазовый контраст.

5. С.94. Термин «двухфазное сосуществующее состояние», по-видимому, неудачен. Его нужно заменить на «двухфазную область». По данным Таблицы 6 хорошо было бы рассчитать интегральные свойства (энергию Гиббса, энтальпию образования интерметаллидов) и сравнить их концентрационные зависимости с литературными. Автор говорит о том, что результаты сравнивались с литературными, но численных данных сравнения не приводит.

6. С.96. Автор подробно изучил электрохимический синтез соединений системы Dy-Ni (п.3.2). В то же время, п.3.3 (Dy-Co) и 3.4 (Dy-Fe) весьма лаконичны и содержат только результаты пробных опытов.

7. Для боридов использован потенциостатический режим (-2.0 В), для силицидов – гальваностатический (1.77 А/см²). Каковы критерии выбора метода? Есть ли данные о сравнительной эффективности этих подходов?

Замечания являются дискуссионными и не влияют на общее положительное впечатление о работе. Диссертация написана хорошим научным языком и аккуратно оформлена.

Полученные результаты соответствуют поставленной цели и задачам, содержание диссертации - опубликованным работам. Положения, выносимые на защиту и основные результаты достаточно полно отражены в 4 печатных работах, в том числе в 3 статьях в рецензируемых научных журналах, входящих в перечень ВАК и индексируемых в WoS и Scopus. Две статьи опубликованы в высокорейтинговых журналах первого и второго квартиля. Материалы диссертации хорошо апробированы и доложены на многочисленных профильных международных конференциях и Российских конференциях с международным участием. Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации.

Направления исследований соответствуют следующим пунктам паспорта специальности **1.4.6. Электрохимия**: п. 8. «…приложения процессов осаждения металлов» (диспрозия, металлов триады железа), «образования и растворения фаз» (интерметаллидов и тугоплавких соединений диспрозия); «процессы электроосаждения» (интерметаллидов диспрозия с никелем, кобальтом, железом, боридов и силицидов диспрозия), п. 4. «Динамика процессов на межфазных границах (кинетика элементарных стадий электродных процессов» с участием ионов диспрозия, металлов триады железа, бора и кремния в хлоридных и хлоридно-фторидных расплавах).

Полученные результаты могут быть рекомендованы организациям, занимающимся исследованиями в области электрохимии редкоземельных металлов в ионных расплавах, таким как Институт высокотемпературной

электрохимии УрО РАН (г. Екатеринбург), Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина (г. Екатеринбург), Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева (г. Апатиты), АО "Гиредмет" (г. Москва), ООО «Росатом МеталлТех» (г. Москва), АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А. А. Бочвара» (г. Москва).

Диссертация Хотова А.А. «Электрохимический синтез интерметаллических и тугоплавких соединений диспрозия в галогенидных расплавах» является законченной научно-квалификационной работой, которая вносит вклад в развитие научных основ электрохимического синтеза функциональных материалов, востребованных в высокотехнологичных отраслях промышленности. Диссертация удовлетворяет требованиям пунктов 9-11, 13, 14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842 (в актуальной редакции), а ее автор Хотов А.А. заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.6. Электрохимия.

Отзыв составлен по результатам обсуждения диссертационной работы Хотова Астемира Андзоровича «Электрохимический синтез интерметаллических и тугоплавких соединений диспрозия в галогенидных расплавах» на заседании научного семинара ИМЕТ УрО РАН (протокол №14 от 15.08.2025 г.)

Заведующий лабораторией металлургических расплавов ИМЕТ УрО РАН, доктор химических наук _____ Шубин Алексей Борисович

подпись

« 20» августа 2025 г.

Подпись Шубина А.Б. заверяю.
Ученый секретарь ИМЕТ УрО РАН, к.х.н. _____ П.В. Котенков

Сведения о ведущей организации

Наименование организации: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии имени академика Н.А. Ватолина Уральского отделения РАН (ИМЕТ УрО РАН). *Почтовый адрес:* 620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 101

E-mail: imet.uran@gmail.com

Контактные телефоны: +7(343) 267-91-24
+7(343) 232-90-02

Официальный сайт http://www.imet-uran.ru