

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

экспертной комиссии диссертационного совета Д 003.051.01 на базе ИНХ СО РАН по кандидатской диссертации Столяровой Светланы Геннадьевны «СИНТЕЗ ГИБРИДНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ MoS_2 И МНОГОСЛОЙНОГО ПЕРФОРИРОВАННОГО ГРАФЕНА МЕТОДОМ ГОРЯЧЕГО ПРЕССОВАНИЯ ДЛЯ ОТРИЦАТЕЛЬНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ ЛИТИЙ-ИОННЫХ АККУМУЛЯТОРОВ»

Комиссия диссертационного совета Д 003.051.01 (по химическим наукам) на базе ФГБУН Института неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН в составе: председателя — доктора физико-математических наук **Романенко Анатолия Ивановича**, членов комиссии — доктора химических наук **Баковца Владимира Викторовича** и доктора химических наук **Федорова Владимира Ефимовича**, в соответствии с п. 25 Положения о совете по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, утвержденного приказом Минобрнауки России от 13 января 2014 г. № 7, на основании ознакомления с кандидатской диссертацией **Столяровой Светланы Геннадьевны** и состоявшегося обсуждения приняла **следующее заключение:**

1. Соискатель ученой степени кандидата химических наук соответствует требованиям пп. 2-4 Положения о порядке присуждения ученых степеней (утв. Постановлением Правительства России от 24.02.2013 г. №842), необходимым для допуска его диссертации к защите.
2. Диссертация на тему «Синтез гибридных материалов из MoS_2 и многослойного перфорированного графена методом горячего прессования для отрицательных электродов литий-ионных аккумуляторов» в полной мере соответствует специальности 02.00.04 – «физическая химия», к защите по которой представлена работа.
3. Основные положения и выводы диссертационного исследования отражены в 5 статьях, опубликованных **Столяровой Светланой Геннадьевной** в российских и международных журналах, которые входят в перечень индексируемых в международной системе научного цитирования Web of Science и в 12 тезисах докладов на российских и зарубежных научных конференциях. Представленные соискателем сведения об опубликованных им работах, в которых изложены основные научные результаты диссертации, достоверны.
4. Оригинальность содержания диссертации составляет более 90% от общего объема текста; цитирование оформлено корректно по всему тексту; заимствованного материала, использованного в диссертации без ссылки на автора либо источник заимствования, не обнаружено; научных работ, выполненных соискателем ученой степени в соавторстве, без ссылок на соавторов, не выявлено.

5. В диссертации описаны разработанные методики синтеза гибридных материалов из MoS_2 и многослойного перфорированного графена методом горячего прессования. Проведено исследование и анализ взаимосвязей между параметрами синтеза, составом, строением материала и его электрохимическими характеристиками в модельном литий-ионном аккумуляторе. А именно оптимизированы параметры синтеза многослойного перфорированного графена с «вакансионными» дефектами нанометрового размера; исследовано влияние параметров отжига и высокотемпературного прессования на состав, строение и электрохимические свойства многослойного перфорированного графена в ЛИА; исследовано взаимодействие между компонентами в полученных гибридах MoS_2 /многослойный перфорированный графен и выявлена роль компонент и их взаимодействия в процессах электрохимической интеркаляции/де-интеркаляции лития.

Впервые перфорированный графен (ПГ) использован для формирования гибридов с MoS_2 . «Перфорирование» графеновых листов проводили по оригинальной процедуре, заключающейся в обработке оксида графита (ОГ) горячей концентрированной H_2SO_4 . Показано, что такая обработка приводит к удалению кислорода с образованием отверстий диаметром до 2 нм в графеновых плоскостях. Результаты электрохимического исследования ПГ показали увеличение скорости диффузии ионов лития при работе материала в ЛИА при высоких плотностях тока ($0,5 \text{ A}\cdot\text{г}^{-1}$, $1 \text{ A}\cdot\text{г}^{-1}$ и $2 \text{ A}\cdot\text{г}^{-1}$) по сравнению с графитом. Впервые проведен синтез гибридных материалов из MoS_2 и многослойного графена, методом горячего прессования. С помощью спектроскопии ближней тонкой структуры рентгеновского поглощения (NEXAFS), спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) и квантово-химических расчетов было показано образование связи Mo–C между компонентами гибрида. Выявлен положительный эффект приложения механического усилия в процессе синтеза MoS_2 /ПГ, приводящий к увеличению зарядовой ёмкости материала за счет стабилизации интерфейса между компонентами. Показано, что понижение температуры синтеза уменьшает размер нанокристаллов MoS_2 , обеспечивая более быструю диффузию лития в анодный материал.

Предложены методики обработки многослойного ПГ отжигом или методом горячего прессования, позволяющие уменьшить необратимую зарядовую ёмкость электрода и увеличить диффузию ионов лития. Разработан метод синтеза гибридных материалов MoS_2 /ПГ с приложением давления к смеси MoS_2 /ПГ в процессе ее отжига. Найдена минимальная температура кристаллизации MoS_2 равная $400 \text{ }^\circ\text{C}$ в условиях горячего прессования 100 бар. Разработан гибридный материал MoS_2 /ПГ с удельной

емкостью до 900 и 580 мАч·г⁻¹ при плотностях тока 0,1 и 1 А·г⁻¹, и со стабильностью работы до 1000 циклов при плотности тока 0,5 А·г⁻¹. Установленные взаимосвязи между строением гибридов и параметрами синтеза (температура, давление, соотношение компонентов) могут быть использованы в качестве методических указаний для дизайна материалов отрицательных электродов на основе сульфидов переходных металлов для металл-ионных аккумуляторов.

Комиссия рекомендует:

1. Принять к защите на диссертационном совете Д 003.051.01 на базе ИНХ СО РАН кандидатскую диссертацию **Столяровой Светланы Геннадьевны** «Синтез гибридных материалов из MoS₂ и многослойного перфорированного графена методом горячего прессования для отрицательных электродов литий-ионных аккумуляторов».

2. Утвердить официальными оппонентами:

г.н.с. д.х.н. Уварова Николая Фавстовича, заведующего лабораторией неравновесных твердофазных систем, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения РАН (ИХТТМ СО РАН), г. Новосибирск

г.н.с. д.х.н. Михлина Юрия Леонидовича, Федеральное государственное бюджетное научное учреждение "Федеральный исследовательский центр "Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук" Институт химии и химической технологии Сибирского отделения Российской академии наук, (ИХХТ СО РАН), г. Красноярск

3. Утвердить в качестве ведущей организации:

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Федеральный исследовательский центр химической физики им. Н.Н. Семенова Российской академии наук (ФИЦ ХФ РАН), г. Москва.



д. ф.-м. н., Романенко Анатолий Иванович



д. х. н., Федоров Владимир Ефимович



д. х. н., Баковец Владимир Викторович



Подпись Романенко А.И., Федорова В.Е., Баковца В.В.
заверяю / Филиппов В.В.
Ученый секретарь ИНХ СО РАН
28 08 2009 г.