

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.1.136.01 (Д 002.100.02), СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ НАУКИ ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА ИМЕНИ Ю.А. ОСИПЬЯНА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК.

аттестационное дело №

решение диссертационного совета от 5 декабря 2023 г. № 14

О присуждении Ерилину Ивану Сергеевичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Формирование функциональных слоев твердооксидных топливных элементов методом аэрозольного осаждения в вакууме» по специальности 1.3.8 – физика конденсированного состояния. Принятая к защите 2 октября 2023г. (протокол заседания №9) диссертационным советом 24.1.136.01 (Д 002.100.02), созданным на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна Российской академии наук (ИФТТ РАН), 142432, г. Черноголовка, Московская обл., ул. Академика Осипьяна, д.2, приказ Минобрнауки от 17.10.2019 N 925/нк.

Соискатель Ерилин Иван Сергеевич, 22 октября 1995 года рождения, в 2019 году окончил магистратуру Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Уфимский государственный нефтяной технический университет» по направлению подготовки 13.04.01 – Теплоэнергетика и теплотехника. В 2023 году окончил аспирантуру ИФТТ РАН по направлению подготовки 22.06.01 – Технологии материалов. Справка об обучении в аспирантуре №423 выдана ИФТТ РАН в 2023 г. С 2019 года работает младшим научным сотрудником ИФТТ РАН. Диссертация выполнена в Лаборатории спектроскопии дефектных структур ИФТТ РАН.

Научный руководитель:

Бредихин Сергей Иванович, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник Лаборатории спектроскопии дефектных структур ИФТТ РАН.

Официальные оппоненты:

Астафьев Евгений Андреевич, доктор химических наук, научный сотрудник лаборатории твердотельных электрохимических систем Федерального исследовательского центра проблем химической физики и медицинской химии Российской академии наук (ФИЦ ПХФ и МХ РАН),

Сунцов Алексей Юрьевич, кандидат химических наук, заведующий лабораторией ионики твердого тела Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт химии твердого тела Уральского отделения Российской академии наук (ИХТТ УрО РАН),

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет)» (МФТИ, Физтех), г. Долгопрудный, **в своем положительном отзыве**, подписанном Ивановым Виктором Владимировичем, доктором физико-математических наук, членом-корреспондентом РАН, директором Института квантовых технологий МФТИ, и утвержденном проректором по научной работе МФТИ Баганом Виталием Анатольевичем, указала, что в настоящее время твердооксидные топливные элементы (ТОТЭ), не смотря на их хорошо известные преимущества в эффективности и экологических показателях, не могут конкурировать с традиционными генераторами электрической энергии, такими, как двигатель внутреннего сгорания, газопоршневая установка и др., в связи с их высокой стоимостью и относительно быстрой деградацией при высоких температурах работы 800 – 850 °С. Для снижения как стоимости производства ТОТЭ, так и скорости деградации необходимо снижение рабочих температур до значений порядка 500 – 750 °С. Работа при таких температурах наиболее оправданна в случае использования тонкослоевого электролита, а также металлической подложки при создании ТОТЭ, в связи с чем тема диссертационной работы является актуальной.

В качестве замечаний было отмечено:

1. В диссертации используется терминология «агломераты высокой плотности» и «агломераты низкой плотности», тем не менее, никаких численных данных, относящих частицы порошка к тому или иному классу агломератов, не приводится.

2. В таблицах с параметрами осаждения слоев (таблицы 3.1, 3.2 и т.д.) присутствует параметр «загрузка порошка», г. Данный параметр несет мало информации, так как в используемой системе генерации аэрозоля не весь загружаемый порошок распыляется из сопла в систему генерации. Вместо параметра «загрузка порошка» должен быть приведен параметр производительности распыления порошка, г/мин.

3. В диссертации отсутствуют сведения об эффективности осаждения слоев, полученных в рамках работы.

4. Для характеристики микроструктуры слоев, в том числе, пористости/газоплотности, используется только качественное описание, основанное на изображениях, полученных с помощью растрового электронного микроскопа, без приведения численных данных. Вместе с тем плотность осажденных слоев является одним из наиболее важных параметров как для электролитной мембраны, так и для функционального анода, особенно с учетом того, что в главе 4, возможно,

наблюдается проблема недостаточной пористости анода, приводящая к зависимости поляризационных потерь от потока топливного газа.

5. Проектирование и создание установки аэрозольного осаждения в вакууме является одним из основных результатов данной работы. В связи с этим было бы желательно привести более развернутое описание устройства и принципа разработки различных узлов данной установки. В частности, не приведено описание принципов разработки и устройства сопла, генератора аэрозоля.

В отзыве указано, что приведенные замечания носят рекомендательный характер и в первую очередь направлены на улучшение последующих исследований диссертанта. Данные замечания не влияют на общую положительную оценку данной работы. Диссертационная работа Ерилина Ивана Сергеевича «Формирование функциональных слоев твердооксидных топливных элементов методом аэрозольного осаждения в вакууме» является завершенной научно-исследовательской работой, выполненной автором на высоком методическом уровне, и полностью соответствует всем требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук согласно «Положению о присуждении ученых степеней», утвержденному постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года № 842, а ее автор, Ерилин Иван Сергеевич, заслуживает присуждение ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.8 – физика конденсированного состояния.

Соискатель имеет 7 опубликованных работ в рецензируемых научных изданиях, входящих в перечень ВАК РФ, базы цитирования Web of Science и Scopus в том числе, по теме диссертации опубликовано 3 работы в рецензируемых научных изданиях:

1. Aerosol deposition of thin-film solid electrolyte membranes for anode-supported solid oxide fuel cells /I.S. Erilin, D.A. Agarkov, I.N. Burmistrov [et al.] // Materials Letters. – 2020. – Vol. 266. – P. 127439.

2. Aerosol Deposition of Thin-Film Single- and Bi-layered Solid Electrolytes for Intermediate Temperature Planar Solid Oxide Fuel Cells /I.S. Erilin, I.N. Burmistrov, D.A. Agarkov [et al.] // ECS Transactions. – 2021. – Vol. 103. – P. 1695–1703.

3. Aerosol deposition of anode functional layer for metal-supported solid oxide fuel cells /I.S. Erilin, I.N. Burmistrov, D.A. Agarkov [et al.] // Materials Letters. – 2022. – Vol. 306. – P. 130924.

По результатам, представленным в диссертации, был оформлен патент на изобретение: Патент №2805519, Российская Федерация, МПК H01M 4/08 (2006.01), H01M 4/08 (2006.01), C23C 24/04 (2006.01). Способ изготовления тонких пленок сложных оксидных систем из сухого нанокристаллического порошка для электрохимических устройств: №2023105383: заявл. 07.03.2023; опубл. 18.10.2023 / Ерилин И.С., Бурмистров И.Н., Бредихин С.И.; заявитель ИФТТ. – 10 с.

Диссертация не содержит недостоверных сведений об опубликованных соискателем научных работах.

На автореферат диссертации поступило 5 отзывов. Все отзывы положительные. В отзывах была отмечена актуальность диссертационной работы и высокая значимость полученных результатов. Были высказаны замечания и заданы вопросы.

Лысков Николай Викторович (кандидат химических наук, заведующий Отделом функциональных материалов для химических источников энергии Федерального исследовательского центра проблем химической физики и медицинской химии РАН) указал, что комплексный подход позволил получить оригинальные научные результаты, имеющие важное практическое значение для создания масштабируемой технологии производства электрохимических генераторов энергии на основе среднетемпературных ТОТЭ. Было высказано критическое замечание: «стр. 16, «Как видно из рисунка 6б, добавление стабилизирующего обжига позволило поднять значение НРЦ более чем на 200 мВ, что может указывать на исходно нестехиометричную структуру электролита». Смысл заключения и термина «нестехиометричная структура электролита» не ясны, так как по определению примесные твердые электролиты – это нестехиометричные по анионной подрешетке соединения, благодаря чему реализуется вакансионный механизм ионного транспорта.»

Бронин Дмитрий Игоревич (доктор химических наук, главный научный сотрудник Лаборатории кинетики Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института высокотемпературной электрохимии Уральского отделения Российской академии наук) отметил, что получен большой объем достоверных экспериментальных результатов по аттестации изготовленных автором гетероструктур, от двуслойных до полных многослойных единичных ТОТЭ и, что очень важно, собрана и испытана сборка металл-поддерживаемых ТОТЭ с единственным обжигом всех керамических и металлокерамических слоев (по другой терминологии называемой министеком).

Пикалова Елена Юрьевна (кандидат химических наук, старший научный сотрудник Лаборатории кинетики Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института высокотемпературной электрохимии Уральского отделения Российской академии наук) отметила, что автором была спроектирована и создана высокопроизводительная установка аэрозольного осаждения в вакууме, позволяющая создавать ячейки ТОТЭ размером до 20×20 см. В отзыве был задан принципиальный вопрос: «В работе показано, что для качественных функциональных слоев необходимы слабо-агрегированные порошки никелевых керметов с частицами размером менее 100 нм. Какими методами возможно получение таких порошков, насколько дорогостоящими они являются, если планировать применение метода АД в промышленном масштабе?»

Кузьмин Антон Валерьевич (кандидат химических наук, и.о. заведующего Кафедрой технологии неорганических веществ и электрохимических производств Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Вятский

государственный университет») отметил, что безусловной новизной работы является сборка и испытание ТОТЭ с единственным обжигом всех керамических и металлокерамических слоев при температуре 950 °С. Было высказано важное замечание: «К сожалению, в Заключение диссертации не озвучен вывод о применимости метода аэрозольного осаждения для организации серийного производства твердооксидных топливных элементов.»

Бадмаев Сухэ Дэмбрылович (кандидат химических наук, старший научный сотрудник Отдела гетерогенного катализа Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук») указал, что в своей работе Иван Сергеевич демонстрирует успешное изготовление с помощью метода АД как двухслойной мембраны 8YSZ + GDC для анод-поддерживающих ТОТЭ, так и композитного функционального анода Ni/GDC для металл-поддерживающих ТОТЭ.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается тем, что

Астафьев Евгений Андреевич, доктор химических наук, научный сотрудник Лаборатории твердотельных электрохимических систем ФИЦ ПХФ и МХ РАН, является ведущим специалистом в области электрохимии, приборостроения для электрохимических методов исследования, топливных элементов. Автор 75 научных работ.

Сунцов Алексей Юрьевич, кандидат химических наук, заведующий Лабораторией ионика твердого тела ИХТТ УрО РАН, является ведущим специалистом в области изучения дефектной структуры, термодинамики и функциональных характеристик оксидных материалов, перспективных для применения в качестве активных компонентов современных электрохимических устройств. Автор 102 научных работ.

Сотрудники Института квантовых технологий **МФТИ**, входящие в Центр испытаний функциональных материалов под руководством чл.-корр. РАН, д.ф.-м.н. Иванова Виктора Владимировича, являются специалистами мирового уровня в области материалов и технологий для аддитивного формирования микроструктур электроники и фотоники, в том числе в области метода сухой аэрозольной печати, опирающегося на те же физические принципы, что и метод аэрозольного осаждения в вакууме.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований были разработаны новые подходы к изготовлению ТОТЭ, позволяющие снизить количество требуемых высокотемпературных обработок электродов и электролитной мембраны ТОТЭ до одной термообработки, которая может быть проведена в процессе запуска ТОТЭ в работу, при этом температура данной высокотемпературной обработки составляет 950 °С, что является низкой температурой консолидации для систем, включающих в себя композитные слои с частицами порошка GDC.

В частности, к наиболее существенным научным результатам относятся:

- а) Предложен способ изготовления функционального никель-керамического анода для металл-поддерживаемых ТОТЭ из сухого порошка, на основании которого была разработана технология изготовления металл-поддерживаемых ТОТЭ с единственной высокотемпературной обработкой при 950 °С в процессе запуска ТОТЭ в работу. Низкая температура консолидации функционального анода связана с субмикронным размером частиц, составляющих слой.
- б) Предложен способ изготовления мембраны электролита из сухого порошка, позволяющий снизить температуру спекания мембран до газоплотного состояния благодаря субмикронному размеру частиц, составляющих слой, и их плотной упаковке.
- в) Детально исследованы особенности микроструктуры изготовленных методом аэрозольного осаждения в вакууме слоев как до, так и после высокотемпературной обработки. Обнаружено, что одним из наиболее важных условий отсутствия трещин и дефектов с размером сравнимым с толщиной слоя после высокотемпературной обработки является равномерность плотности осажденного слоя.

Теоретическая значимость исследований обусловлена тем, что в работе впервые исследована зависимость микроструктуры слоев, изготовленных методом аэрозольного осаждения в вакууме с последующей высокотемпературной обработкой от различных параметров осаждения и температуры обжига, что дает понимание требуемых параметров изготовления и свойств исходного порошка. Показано что важным условием для отсутствия дефектов после высокотемпературной обработки является равномерность плотности осажденного слоя, что улучшает понимание причин возникновения макроскопических дефектов после термообработки слоев, изготовленных методом аэрозольного осаждения в вакууме.

Практическая значимость обусловлена тем, что подстройка требуемых температур обжигов электродов и электролитной мембраны под температуру 950 °С предоставляет возможность изготавливать сборки ТОТЭ с единственной высокотемпературной обработкой в процессе их запуска в работу на месте эксплуатации, что снижает количество технологических этапов и ускоряет производство сборок.

Достоверность представляемых результатов обеспечивается использованием экспериментальных методик, являющихся общепринятыми и эффективными для исследования изготавливаемых объектов, согласованностью полученных результатов с результатами других исследовательских групп. Представляемые результаты прошли надежную внешнюю проверку, поскольку были опубликованы в рецензируемых научных журналах, входящих в перечень ВАК РФ, а также в международные базы цитирования Web of Science и Scopus. В процессе проведения

исследований результаты многократно докладывались на всероссийских и международных конференциях.

Личный вклад соискателя состоит в разработке методики изготовления образцов, изготовлении всех пленочных слоев, полученных методом аэрозольного осаждения в вакууме, проектировании и сборке установки аэрозольного осаждения в вакууме. Соискатель лично занимался исследованием микроструктуры и электрохимических характеристик образцов, анализом и интерпретацией экспериментальных данных. Соискатель подготовил и опубликовал 3 статьи по теме диссертационной работы в журналах, входящих в перечень ВАК РФ, а также представил результаты работы на всероссийских и международных конференциях.

Диссертационный совет заключает, что диссертация Ерилина Ивана Сергеевича является самостоятельной завершенной научной квалификационной работой. Работа Ерилина И.С. полностью отвечает всем критериям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук в соответствии с п.9 Положения о присуждении ученых степеней Постановления Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842.

На заседании 5 декабря 2023 г. диссертационный совет принял решение присудить Ерилину И.С. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 22 человек, из них 22 доктора наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 29 человек, входящих в состав совета, проголосовали: «за» - 22, «против» - 0, недействительных бюллетеней - 0.

заместитель председателя
диссертационного совета
доктор технических наук

ученый секретарь
диссертационного совета
доктор технических наук



Колесников Николай Николаевич

Курлов Владимир Николаевич

6 декабря 2023 г.