УТВЕРЖДАЮ

Директор Федерального
государственного бюджетного
учреждения науки
Объединенного института
высоких температур РАН

Академик РАН
д. физ.-мат. наук, профессор
О.Ф. Петров
«07» октября 2026 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки Объединенного института высоких температур Российской академии наук

на диссертацию Синякова Матвея Владимировича

«Нанесение, структура и функциональные свойства покрытий на основе соединений титана для электродов электрохимических устройств с твердополимерным электролитом»,

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ

Диссертационная работа Синякова Матвея Владимировича ориентирована на разработку покрытий на основе соединений титана для защиты углеродных материалов от деградации в составе электрохимических устройств.

Тематика диссертации соответствует научному профилю ОИВТ РАН, поскольку институт ведет исследования в области современной энергетики, электрохимической энергетики, теплофизики высокотемпературных и энергоемких процессов, а также водородных технологий. С этих позиций работа представляет несомненный интерес как исследование, выполненное на стыке электрохимии, материаловедения и водородных технологий.

Значимость, важность и актуальность темы диссертации обусловлены низким ресурсом углеродных электродов в условиях работы обратимого топливного элемента (ОТЭ), что ограничивает его широкое применение и ставит задачи повышения их деградационной стойкости, в том числе, с помощью защитных покрытий на основе соединений титана.

Научная новизна работы:

1. Изучены 6 видов покрытий на основе титана и его соединений, полученных методом магнетронного распыления и нанесенных на углеродный газодиффузионный слой (ГДС). Показан наиболее подходящий для нанесения режим и его параметры. Покрытия состава TiN_y, TiC_x, TiC_xN_y вносят наибольший вклад в увеличение ресурса работы ОТЭ в режиме электролизера воды.

2. Изучена послойная архитектура кислородного электрода ОТЭ, в основе которой покрытие, получаемое методом магнетронного распыления, используется в качестве промежуточного слоя между платиновым и иридиевым катализаторами. Показано, что такая структура позволяет выдержать больше циклов ускоренного стресс-тестирования.

3. Изучено влияние водородного насыщения титановых коллекторов тока в электролизере воды на его вольтамперные характеристики. Показано, что несмотря на образование поверхностных гидридов титана, приводящих к растрескиванию коллекторов тока и повышающих транспортные потери, общее напряжение ячейки растет не более чем на 5%.

Теоретическая и практическая значимость:

1. Определены режим и параметры магнетронного распыления, позволяющие создавать защитные покрытия для углеродных ГДС, значительно повышающие их деградационную стойкость. Использование ГДС с нанесенным покрытием позволяет не только повысить общий срок службы ОТЭ, но и улучшает его вольтамперные характеристики.

2. Предложен и исследован тип архитектуры кислородного электрода с использованием защитного покрытия в качестве подслоя, разделяющего каталитические слои. Показано, что такая архитектура может повышать количество циклов работы ОТЭ в условиях ускоренного стресс-тестирования при переключении между режимами работы топливного элемента и электролизера воды.

Состав и содержание диссертации

Диссертационная работа изложена на 123 страницах формата А4, включает введение, 5 глав, заключение, выводы по каждой главе, список литературы, включающий 169 источников. Текст работы снабжен иллюстрациями, включающими 9 таблиц и 36 рисунков.

Во введении диссертации обоснована актуальность темы исследования, отражены степень ее разработанности, цель работы, задачи, сформулирована научная новизна, теоретическая и практическая значимость, методология и методы исследования, достоверность полученных результатов, приведены основные

положения, выносимые на защиту, освещены результаты апробации работы, сведения о выполненных по ее теме публикациях, объеме и структуре работы.

В первой главе представлен литературный обзор, включающий 7 разделов, затрагивающих аспекты работы электрохимических устройств с твердополимерным электролитом, их состав и особенности. Выполнен аналитический обзор литературных источников и отображены сведения применения защитных покрытий на основе различных металлов и их соединений. Обзор завершен выводами и сопряженными с ними формулировками задач исследования.

Во второй главе работы изложены основные сведения об используемых материалах и аналитических методиках, использованных при выполнении экспериментальных исследований. Они включают информацию по проведению процессов синтеза катализаторов, приготовления и нанесения каталитических чернил, нанесения защитных покрытий методом магнетронного распыления, сборки электрохимической ячейки. Также описан ряд используемых структурных и электрохимических методов исследования: электронная микроскопия, рентгеноструктурный анализ, методика регистрации ВАХ, импедансная спектроскопия, методика ускоренного стресс-тестирования.

В третьей главе представлено подробное описание исследования магнетронного распыления и полученных таким образом защитных покрытий, изучены структура и состав покрытий на основе соединений титана. Рассмотрены различные режимы магнетронного распыления и подобран наиболее подходящий для формирования покрытий на углеродных электродах, охарактеризованы структура и состав полученных покрытий, рассмотрено каждое полученное соединение, дана первичная оценка, основанная на оптических и СЭМ-изображениях, а также на основе полученного элементного состава. Приведены результаты рентгеноструктурного фазового анализа, подтверждающего образование определенных соединений титана. Оценка дана на основе литературных источников. Таким образом, в работе рассмотрены покрытия на основе металлического титана, а также его соединений: оксида, нитрида, оксинитрида, карбида и карбонитрида.

В четвертой главе рассмотрена возможность применения углеродных электродов с нанесенным покрытием на кислородном электроде ОТЭ. Проведены исследования влияния покрытий на вольтамперные характеристики и ресурс работы ОТЭ. Влияние покрытий изучено в режиме электролизера воды, а для многослойной архитектуры кислородного электрода – в обоих режимах работы ОТЭ. Рассмотрена возможность применения защитного покрытия в качестве дополнительного подслоя на кислородном электроде, разделяющего каталитические слои.

Пятая глава работы посвящена исследованию процесса водородного охрупчивания титановых коллекторов тока, используемых на катодной стороне

электролизера воды с протонообменной мембраной. Рассмотрены титановые коллекторы с разными концентрациями поглощенного водорода, подробно описан вклад гидридов титана в различные виды сопротивлений.

В заключении представлены выводы по выполненному комплексу исследований, раскрывающие наиболее значимые результаты работы.

По диссертационной работе имеются следующие **вопросы и замечания**:

1. В работе продемонстрированы результаты на образцах малой площади (1 см²). Как предложенный способ масштабируется на реальные газодиффузионные слои площадью 100–200 см² и выше? Известно, что при увеличении площади резко возрастают требования к однородности покрытия и распределению тока.

2. Согласно данным для ресурсных испытаний рис. 30 в диссертации понижающий тренд плотности тока очень резкий. Как защитные покрытия, предложенные в диссертации, могут конкурировать с действующими электролизными установками, у которых ресурс работы десятки тысячи часов?

3. В тексте диссертации отсутствуют сведения о погрешностях экспериментальных измерений основных параметров. В работе приводятся конкретные числовые значения, однако не указано, с какой точностью они получены, и не приведена оценка инструментальных и методических ошибок. Это затрудняет оценку достоверности полученных результатов

4. Отнесение фаз по данным рентгенофазового анализа (раздел 3.3) вызывает сомнения. Съемка проводилась на излучении Co Kα ($\lambda = 1{,}7889$ Å), для которого основные рефлексы α-Ti должны располагаться при $2\theta \approx 41$–$47°$, TiN и TiC (111) – при ≈ 42–$43°$, (200) – при ≈ 49–$50°$, а отражение графита (002) – при $\approx 31°$. Между тем в работе фаза титана отнесена к углу 33,1°, нитриды – к 22°, 25,9° и 30°, а рефлекс при 71,9° приписан оксидам «в аморфной форме», что внутренне противоречиво. Номера карточек JCPDS, заявленной в разделе 2.2.2 в качестве эталона, не приведены; рефлексы α-Ti в разделе 5.2 (14,3°, 18,7°) лежат вне указанного диапазона съемки $2\theta = 20$–$120°$. Проводилось ли отнесение с учетом длины волны используемого излучения и подтверждено ли образование карбонитрида титана независимыми методами (например, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопией или съемкой в геометрии скользящего пучка)?

Однако отмеченные замечания носят рекомендательный характер и не уменьшают общей ценности и практической значимости диссертации Синякова Матвея Владимировича, выполненной на современном научно-техническом уровне.

Рекомендации по использованию результатов. Результаты диссертации могут быть использованы в организациях, ведущих разработку электрохимических устройств с твердополимерным электролитом и водородных энергетических установок (НИЦ «Курчатовский институт», ОИВТ РАН, ФИЦ ПХФ и МХ РАН, РХТУ им. Д.И. Менделеева и др.), при создании мембранно-электродных блоков обратимых топливных элементов и электролизеров воды, а также при выборе режимов магнетронного нанесения защитных покрытий на углеродные газодиффузионные слои.

Достоверность полученных автором результатов подтверждается использованием методик эксперимента, соответствующих современному научному уровню, применением комплекса взаимодополняющих физико-химических и электрохимических методов исследования, а также согласованностью результатов с опубликованными данными. Основные выводы диссертации обоснованы и логично вытекают из содержания работы.

Автореферат диссертации оформлен в соответствии с требованиями и в должной степени отражает содержание диссертации, следуя структуре ее изложения.

Синяковым Матвеем Владимировичем в соавторстве по теме диссертации опубликовано 12 печатных работ, включая 5 статей в рецензируемых изданиях, индексируемых в международных базах данных Web of Science и Scopus, и 7 тезисов докладов на всероссийских и международных научных конференциях; получен 1 патент РФ на изобретение.

Диссертация Синякова Матвея Владимировича на тему «Нанесение, структура и функциональные свойства покрытий на основе соединений титана для электродов электрохимических устройств с твердополимерным электролитом» представляет собой завершенную научно-исследовательскую работу, выполненную на высоком научном уровне. Результаты диссертации, научные положения и выводы не вызывают сомнений и являются полезным научно-практическим вкладом в область знаний о возможности и перспективах применения защитных покрытий на основе соединений титана в электрохимических устройствах с твердополимерным электролитом.

Диссертация соответствует требованиям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», утвержденным приказом ректора №103 ОД от 14 сентября 2023 г., предъявляемым к диссертационным работам на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор – Синяков Матвей Владимирович – заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.7 Технология неорганических веществ.

Диссертация доложена и одобрена на заседании научного семинара ОИВТ РАН под руководством академика О.Ф. Петрова, данный отзыв утвержден в качестве официального отзыва ведущей организации 07 октября 2026 г. (протокол №1).

Блинов Дмитрий Викторович,
кандидат технических наук,
старший научный сотрудник лаборатории №13
«Водородных энергетических технологий»
Федерального государственного бюджетного учреждения науки Объединенного института высоких температур Российской академии наук,
125412, г. Москва, ул. Ижорская, д.13, стр.2,
E-mail: D.V.Blinov.JIHTRAS@yandex.ru
Моб. тел.: +7 (916) 804-03-18

Подпись и сведения Блинова Дмитрия Викторовича заверяю
Ученый секретарь ОИВТ РАН
д.ф.-м.н. Киверин А.Д.