

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ  
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

«Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

Озерский технологический институт-филиал НИЯУ МИФИ

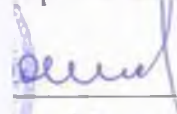
Проспект Победы, д.48, г. Озерск,

Челябинская область, 456783

Тел. (35130) 4-46-46, факс (35130) 7-01-44

«Утверждаю»

директор ОТИ НИЯУ МИФИ

 И.А. Иванов

«19» 11 2020 г.

**Отзыв**

ведущей организации на диссертационную работу Шичалина О.О. на тему «Искровое плазменное спекание цеолитов для иммобилизации радионуклидов цезия в твердотельные матрицы», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.04 – «Физическая химия».

**Актуальность темы.** Одной из главных проблем современного химического материаловедения является разработка специальных материалов с уникальным набором эксплуатационных характеристик и свойств высокого качества, которые способны повысить эффективность и безопасность технологий обращения с отходами ядерного топливного цикла, а также радиационных и ядерных технологий. Научная и технологическая задача совершенствования существующих и разработка новых способов получения и исследования свойств указанных материалов включена в Перечень критических технологий Российской Федерации. Стратегически важным примером таких работ для атомной отрасли является разработка и производство твердотельных матриц для иммобилизации радионуклидов цезия-137, которые активно развиваются на ФГУП «ПО «Маяк» - ведущее предприятие ядерного оружейного комплекса России. В этой связи,

представленное диссертационное исследование является своевременным и актуальным, так как направлено на исследование закономерностей процессов консолидации дисперсных цеолитов для создания твердотельных матриц, обеспечивающих надежную иммобилизацию радионуклидов цезия с применением современной, ограниченно изученной и промышленно нереализованной технологии искрового плазменного спекания. Достигнутый в работе результат предлагает решение как научной проблемы, связанной с выявлением фундаментального обоснования новым подходам синтеза керамических материалов, так и практической проблемы, обусловленной необходимостью производства твердотельных матриц для иммобилизации цезия-137 и радиоизотопной продукции на их основе, обладающих повышенными эксплуатационными характеристиками и производимыми более безопасным и эффективным способом.

**Научная новизна работы** состоит в том, что в диссертации представлены ранее неизвестные физико-химические закономерности процессов консолидации различных цеолитов, содержащих цезий, с получением плотных керамических и стеклокерамических материалов с применением современной, ограниченно изученной и промышленно нереализованной технологии искрового плазменного спекания. Автором впервые установлено влияние температуры разогрева и давления прессования ИПС на физико-химические, механические характеристики и эксплуатационные свойства (гидролитическая устойчивость и термостабильность) получаемых образцов материалов, которые представляют основу твердотельных матриц для надежной иммобилизации радионуклидов цезия. Описаны новые данные о взаимосвязи основных характеристик и свойств полученных изделий, включая устойчивость к выщелачиванию цезия из их объема, от химического состава исходного сырья и режимов ИПС консолидации. Указанные результаты действительно ранее ни кем не представлены для выбранного сырья, в том числе для задач

иммобилизации цезия в алюмосиликатную керамику и производство изделия на ее основе с применением технологии искрового плазменного спекания.

**Практическая значимость.** Большую значимость для промышленности представляют установленные в работе физико-химические основы эффективной консолидации дешевого и доступного алюмосиликатного сырья в твердотельные матрицы с цезием по технологии искрового плазменного спекания для производства матриц для консервации РАО. А также, в работе разработан современный ИПС способ изготовления твердотельных матриц в виде активных зон с цезием в конструкции ИИИ-закрытого типа, обладающих высокой эксплуатационной безопасностью по сравнению с имеющимися аналогами на основе остеклованных матриц и порошка  $^{137}\text{CsCl}$ , реализуемый при относительно невысокой температуре и коротком времени цикла спекания в одну стадию.

**Общее содержание работы.** Во введении приведено обоснование актуальности работы, сформулированы цели и задачи диссертационной работы, а также проанализирована степень проработанности исследования.

В Главе 1 «Иммобилизация радионуклида цезия-137 в твердые матрицы» рассмотрены свойства радионуклида и выявлены возможности использования его в современных радиационных технологиях в качестве основы в конструкциях ИИИ, РИТЕГов, радиофармпрепаратов и других различных устройств. Приведены основные типы твердотельных матриц, условия оптимальной иммобилизации (сопоставление характеристик и свойств самой матрицы, материала, из которого она изготавливается и иммобилизованным в нее радионуклидом). Проанализированы традиционные технологии синтеза матриц для иммобилизации радионуклидов, определены их основные недостатки. Рассмотрены возможности применения современной технологии ИПС для получения матриц с Cs с высокими эксплуатационными характеристиками.

В Главе 2 «Экспериментальная часть» приведено описание материалов, методик адсорбционного насыщения порошков цеолитов ионами цезия и получения керамических матриц по технологии ИПС, а также режимы ИПС консолидации цеолитов различного происхождения. Гидролитическую устойчивость керамических матриц оценивали согласно ГОСТ Р 52126-2003. Определение концентрации десорбируемых ионов цезия из матриц в раствор проводили с применением метода атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС). Идентификацию фаз полученных образцов осуществляли с помощью рентгенофазового анализа (РФА). Оценка изменений в локальном окружении ионов цезия в результате консолидации проводилась с использованием твердотельного Cs-133 MAS ЯМР. Изображения структуры исследуемых материалов получали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ). Для исследования характеристик полученных материалов использовали атомно-абсорбционный метод (ААС), энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный (РФС) анализ, энергодисперсионную рентгеновскую спектроскопию (ЭДС).

В Главе 3 «Исследование процессов ИПС цеолитов и физико-химических свойств матриц, содержащих цезий» приведены особенности динамики уплотнения, изменения фазового состава и структуры, которые происходят в условиях ИПС консолидации порошков цеолитов различного типа (природные, искусственные и направленно синтезированные), содержащих имитатор радиоцезия.

В Главе 4 «Получение и исследование эксплуатационных характеристик керамических матриц в виде активных зон» исследован способ получения плотных керамических и стеклокерамических матриц на основе природного цеолита, содержащих 13.5 масс.% имитатора радиоцезия,

в объеме герметичного стального контейнера с применением технологии ИПС.

Научные положения, сформулированы точно и согласуются с **Выводами** исследования, которые подтверждены экспериментальными результатами, достоверно полученными и представленными в тексте работы. Выводы диссертационной работы соответствуют поставленным задачам и цели исследования.

Материалы диссертации были опубликованы в 17 научных работах, включая 4 статьи в рецензируемых научных журналах из перечня ВАК, 1 патент РФ на изобретение и 12 тезисов докладов российских и международных научных конференций. Публикации соответствуют содержанию работы.

В качестве замечаний можно отметить следующее:

1. В работе представлены экспериментальные данные о количественном содержании цезия в матрицах после их спекания при различных температурах ИПС, на основе чего подтверждается факт отсутствия уноса цезия в газовой фазе при разогреве цеолитов. Однако такой экспериментальный подход не в полной мере является доказательным. Для прямого экспериментального подтверждения следовало проводить количественное измерение цезия непосредственно в потоке отходящих газов, но такие результаты в работе отсутствуют.
2. Кроме проведенных согласно ГОСТ исследований по определению гидролитической устойчивости полученных матриц с цезием, эксперименты по испытанию на выщелачивание цезия в более широких условиях, например, при воздействии искусственных подземных вод, смогли бы расширить сведения о качестве разработанных изделий и их устойчивости к воздействию внешних факторов.
3. В диссертации отработан новый ИПС способ изготовления образца, по типу изделия источника ионизирующего излучения, что, безусловно,

представляет практический интерес, однако в качестве основы источника получена матрица на основе природного цеолита, который содержит цезий в меньшем количестве (13.5 масс.%) по сравнению с коммерческими и синтетическими формами (до 24.3 масс.%). Почему изготовление указанного образца проведено с использованием менее привлекательного сырья?

Сделанные замечания не снижают научную и практическую ценность результатов диссертационной работы. Диссертация является законченной научно-квалификационной работой, отличающейся актуальностью, научной и практической значимостью. Автореферат полностью отражает содержание диссертационной работы.

Полученные материалы имеют существенное значение для развития отечественных технологий в сфере атомной энергетики и могут быть применены на предприятиях периметра Государственной корпорации «Росатом»: ФГУП «ПО «Маяк», АО «Концерн Росэнергоатом», АО «ВНИИНМ им. акад. А.А. Бочвара», АО «НИИАР», АО «ВНИИХТ».

На основании изложенного можно заключить, что диссертационная работа Шичалина О.О. является законченным научным трудом, основанном на большом современном материале и достоверных экспериментальных данных, в котором решена важная научная задача – установлены ранее неизвестные физико-химические закономерности искрового плазменного спекания алюмосиликатов, содержащих цезий, на основе которых разработан современный способ изготовления твердотельных матриц с цезием в виде активных зон в конструкции изделий радиоизотопных источников. Считаю, что диссертационная работа Шичалина О.О. полностью удовлетворяет требованиям п. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней (утв. Постановлением Правительства России от 24.09.2013 г. № 842 с изменениями от 21 апреля 2016 г. № 335), необходимым для допуска соискателя и его диссертации к защите, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени

кандидата химических наук по специальности 02.00.04 – «Физическая химия».

Диссертационная работа обсуждена, отзыв рассмотрен и одобрен на заседании кафедры химии и химической технологии ОТИ НИЯУ МИФИ, протокол № 11-2020 от «16» ноября 2020 года.

Волкова Татьяна Сергеевна, 02.00.14 – радиохимия  
доцент кафедры химии и химической технологии  
ОТИ НИЯУ МИФИ, к.х.н.

Волкова Т.С.

тел.: 8 (35130) 70144  
e-mail: volkovahim@mail.ru

Козлов Павел Васильевич, 05.17.02 – технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов

Ученый секретарь  
доцент, к.х.н.

Козлов П.В.

тел.: 8 (35130) 70144  
e-mail: kozlov\_pavel@inbox.ru

Подпись Волковой Т.С. заверяю

Начальник отдела кадров



Осипова Н.С.