

Голові разової спеціалізованої вченої ради Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України, доктору технічних наук, завідувачу відділу Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України Сідлецькому Олегу Цезаревичу

ВІДГУК

Офіційного опонента, кандидата фізико-математичних наук, старшого наукового співробітника, заступника завідувача відділу оптичних та лазерних кристалів Інституту монокристалів Національної академії наук України Гриня Леоніда Олексійовича на дисертаційну роботу Варича Андрія Григоровича «Нові технології виготовлення йодидів натрію та цезію для вирощування сцинтиляційних монокристалів з сировини техногенного походження», що подана до захисту у разову спеціалізовану вчену раду Інституту сцинтиляційних матеріалів Національної академії наук України на здобуття ступеня доктора філософії за спеціальністю 132 Матеріалознавство галузі знань 13 Механічна інженерія.

Актуальність теми дисертації.

Монокристали на основі йодидів натрію та цезію широко використовуються у приладобудуванні для створення оптичних робочих частин. Кристали CsI застосовуються для виготовлення вікон, прозорих у ІЧ-діапазоні, внаслідок низької гігроскопічності і відсутності смуг поглинання у зазначеній області спектру а також у фізиці високих енергій. Переважна ж частина активованих йодидних монокристалів є сцинтиляторами, що використовуються в різних областях науки і техніки (медична томографія, фізика високих енергій, космічне та ядерне приладобудування, каротаж бурових свердловин, тощо) для детектування іонізуючого випромінювання різного походження.

Основними методами отримання великогабаритних монокристалів є вирощування з розплаву методами Кіропулоса або Чохральського, що дозволяє протягом відносно короткого часу виростити кристали масою у кілька сотень кілограмів. Вирощені циліндричні кристали-булі для подальшого застосування розрізують на менші частини різної геометрії. З них вирізуються частини, що містять включення, центри розсіяння, тріщини та інші видимі дефекти. Отже, значна частина монокристалу йде у відходи. Це – невикористаний закристалізований розплав, наліт йодидів на стінках ростового апарату, обрізки та інші відходи обробки монокристалів. Ці відходи накопичуються і становлять для виробників монокристалів суттєву проблему, яку потрібно вирішувати. Найбільш зручним методом її вирішення вважається повернення цінних складових (йод, цезій, талій) у виробництво, що замикає технологічний цикл.

Свого часу технології регенерації йодидів натрію та цезію були розроблені і впроваджені в м. Саки, але анексія Криму РФ унеможливила функціонування створених там підприємств. Задачу повернення відходів у виробництво вирішили створенням дільниці переробки в м. Харкові. Але старі технології часто не забезпечують належного рівня чистоти і екологічної безпеки (використання сірчаної кислоти, значне накопичення продуктів хімічної переробки, викиди шкідливих для екології речовин в повітря), що є критичним для великого міста і потребують удосконалення. Тому даний напрямок досліджень є важливим і актуальним в галузі матеріалознавства.

Саме розробка нових і удосконалення існуючих технологій очищення відходів йодидів натрію та цезію для подальшого повернення їх у виробництво монокристалів і була метою роботи, виконаної Андрієм Григоровичем Варичем.

Загальна характеристика роботи та отриманих у ній результатів

Обсяг кваліфікаційної наукової праці, що була подана на рецензію, складає 134 сторінки, до нього входять: анотації двома мовами, вступ, 4 розділи дисертації та висновки, список використаних літературних джерел (70 найменувань), чотири додатки, 22 таблиці та 23 рисунка.

Робота представляє собою завершене дослідження, мова роботи є грамотною, результати викладені лаконічно і грамотно з точки зору, термінології.

Наукові положення роботи повністю викладено у чотирьох статтях журналів, що реферуються у міжнародних базах даних, трьох патентах

України на корисну модель, а також у 5 публікаціях, що засвідчують апробацію роботи.

Перший розділ роботи містить огляд літературних джерел і технологічної інформації, на основі якого обґрунтовано необхідність виконання дисертаційного дослідження.

У другому розділі дисертаційної роботи описано методики очищення розчинів йодидів натрію та цезію від домішок, що потрапляють у кристали при вирощуванні і обробці, аналітичного контролю вмісту домішок, вирощування зразків монокристалів і дослідження їх функціональних властивостей.

У третьому розділі наведено результати дослідження особливостей низькотемпературної кристалізації розчинів відходів йодиду цезію, на основі визначених ефективних коефіцієнтів очищення з'ясовано тенденції розподілу найбільш поширених і шкідливих домішок та кількість циклів кристалізації, яка необхідна для одержання йодиду цезію особливої чистоти. Обґрунтовано розрахунками, вперше застосовано експериментально і відпрацьовано метод видалення найбільш шкідливих домішок важких металів (міді та талію) з йодиду цезію за допомогою обробки активним металом. Наведено опис вузла глибокого очищення розчинів йодиду цезію від домішок важких металів.

У четвертому розділі розглянуто особливості технологічного процесу неруйнівної переробки техногенних розчинів йодиду натрію, оцінено граничний вміст домішок у вихідних розчинах, при якому неруйнівне очищення є доцільним. Вперше застосовано і відпрацьовано метод сульфідної очистки техногенного розчину йодиду натрію. Технологію відпрацьовано на дослідному виробництві, впроваджено на дільниці виробництва сировини в Інституті скінтіляційних матеріалів НАН України і зареєстровано. З напрацьованої очищеної сировини вирощено монокристали, які за якістю не поступаються кристалам, вирощеним з синтезованої сировини гідропероксидним методом.

Висновки роботи витікають зі змісту розділів 3 та 4, де наведено експериментальні результати, і відповідають меті дослідження.

Значимість дослідження для науки і практики

Наукова новизна отриманих результатів полягає у розрахунку експериментальних параметрів очищення розчинів йодидів натрію та цезію від домішок сульфатів, важких і лужних металів. Доведено доцільність використання низькотемпературних методів кристалізаційного очищення розчинів йодиду цезію з високою концентрацією домішок. Запропоновано і

перевірено на практиці метод неруйнівної переробки техногенних розчинів йодиду натрію.

В роботі вперше:

- З'ясовано вплив умов низькотемпературної мішаної кристалізації техногенних водних розчинів йодиду цезію на ефективність їх очищення від домішок.
- В рамках термінології роздільного елементу розраховано основні параметри очищення водних розчинів йодиду цезію від домішок важких і лужних металів та сульфатів у процесі кристалізації. Оцінено кількість технологічних циклів, потрібних для одержання високочистого йодиду цезію.
- Запропоновано метод очищення розчинів йодиду цезію від домішок талію і міді магнієм, що дає можливість знизити концентрації вказаних домішок до рівня, вказаного в Технічних умовах. Створено технологічний вузол глибокої очистки техногенних розчинів йодиду цезію від домішок важких металів.
- Запропоновано і відпрацьовано метод неруйнівної переробки техногенних розчинів NaI для очищення від катіонних домішок та сульфатів.
- Застосовано і відпрацьовано метод сульфідної очистки техногенного розчину йодиду натрію. Створено технологічний вузол глибокої очистки техногенних розчинів йодиду натрію.
-

Практичне значення отриманих результатів

Основним практичним результатом роботи є створення технологій глибокої очистки розчинів йодиду цезію від домішок важких металів і глибокої очистки розчинів йодиду натрію. Технології зареєстровані в Міністерстві освіти і науки України.

Результати розробок, проведених при виконанні роботи, захищені трьома патентами України на корисну модель.

Запитання та зауваження до дисертації

1. Автор застосував методи низькотемпературної кристалізації для очищення водних розчинів йодиду цезію. В якій мірі такий спосіб придатний для очищення розчинів йодиду натрію?

2. Мішана кристалізація проводиться з розчину, склад якого не відповідає евтектичному, відтак, розчин стає більш концентрованим відносно CsI. Як це впливає на наступні стадії процесу низькотемпературної кристалізації?
3. Відходи вирощування монокристалів автор іноді називає залишками. Мабуть доцільно було б використовувати одноманітну термінологію.
4. Звідки в розчинах йодидів натрію та цезію беруться сульфати?
5. Автор, виходячи з коефіцієнтів очищення, сформулював вимоги до вмісту домішок у техногенних розчинах йодиду натрію з метою оцінки придатності їх переробки неруйнівним способом. В якій мірі це вирішує проблему переробки таких залишків-відходів?
6. В переліку умовних позначень скорочення НСК вказано як низькотемпературна мішана кристалізація. Мабуть скорочення має бути НМК?
7. В розділі 3 розглядається різні методи масової кристалізації йодиду цезію. У чому перевага методів низькотемпературної кристалізації над методом масової кристалізації?
8. **Розділ 3, стор. 57.** В табл. 3.3 вказано $\beta_{\text{т}}=0,59$ після першої кристалізації. Чи вірно вказано, так як з тексту дисертації відомо, що коефіцієнт очистки талію близько 1? **Розділ 3, стор. 68.** В реченні... “для наочності наведені в табл. 3.7 дані представлені у вигляді залежностей -lg $sx=f(n)$ на рис. 3.5” можливо малося на увазі в табл. 3.6? **Розділ 3, стор. 76.** В табл. 3.7 не вказано одиницю виміру. **Розділ 3, стор. 70 (рис. 3.6).** Чому не проведена пряма залежності -lg $\beta=f(n)$ для домішки Rb?
9. Розділ 4, стор. 91. Використання гідроксиду барію «ч. д. а.» для обробки техногенного розчину йодиду натрію з метою одержання солі високої чистоти може привести до додаткового забруднення розчину, що очищується.

Проте, ці зауваження не впливають на високий науковий рівень та практичну цінність дисертаційної роботи. Одержані результати роботи заслуговують на загальну позитивну оцінку.

Відсутність порушень академічної доброчесності

Робота не містить ознак академічного плагіату.

Загальний висновок та оцінка дисертації.

За своїм фаховим спрямуванням, науковою новизною і практичною значимістю дисертаційна робота Варича А.Г. відповідає спеціальності 132 -

Матеріалознавство. Здобувачем повністю виконано освітню та наукову складову освітньо-наукового рівня вищої освіти.

Вважаю, що дисертація Варича Андрія Григоровича «Нові технології виготовлення йодидів натрію та цезію для вирощування сцинтиляційних монокристалів з сировини техногенного походження» повністю відповідає всім вимогам «Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 12 січня 2022 р. № 44, а її автор, Варич Андрій Григорович, заслуговує на присудження йому наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю 132 Матеріалознавство галузі знань 13 Механічна інженерія.

Офіційний опонент
заступник завідувача відділу оптичних
та лазерних кристалів
Інституту монокристалів
Національної академії наук України,
кандидат фізико-математичних наук,
старший науковий співробітник

Леонід ГРИНЬ

Підпис Л. Гриня затверджую

Учений секретар
Інституту монокристалів
Національної академії наук України,
кандидат фізико-математичних наук



Костянтин КУЛИК