

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 99.1.056.03,
СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ИНСТИТУТА ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ И ЭЛЕКТРОХИМИИ им.
А.Н. ФРУМКИНА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК, АКЦИОНЕРНОГО ОБЩЕСТВА
«ВЫСОКОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ИМЕНИ АКАДЕМИКА А.А. БОЧВАРА»
ГОСУДАРСТВЕННОЙ КОРПОРАЦИИ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ «РОСАТОМ»,
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ОБЪЕДИНЕННЫЙ ЭКОЛОГО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ И НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ЦЕНТР ПО ОБЕЗВРЕЖИВАНИЮ РАО И ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ»
ГОСУДАРСТВЕННОЙ КОРПОРАЦИИ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ «РОСАТОМ» И, ПО
ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело
№

решение диссертационного
совета
от «19» марта 2024 года № 1

О присуждении Коробейникову Денису Анатольевичу, гражданину Российской Федерации, учёной степени кандидата технических наук.

Диссертация «Физико-химическое обоснование технологии иммобилизации в цементобетонных матрицах высокотоксичных и радиоактивных отходов, содержащих бериллий и тритий» по специальности 2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов принята к защите 26 декабря 2023 года (протокол заседания № 2) диссертационным советом 99.1.056.03, созданным на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина Российской академии наук, акционерного общества «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара» Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом», Федерального государственного унитарного предприятия – «Объединенный эколого-технологический и научно-исследовательский центр по обезвреживанию РАО и охране окружающей среды Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом» (123098, Москва, улица Рогова, 5а, приказ о создании диссертационного совета от «02» ноября 2012 года №714/нк).

Соискатель Коробейников Денис Анатольевич, 13 апреля 1983 года рождения, в 2005 году окончил Восточно-Казахстанский государственный технический университет имени Д. Серикбаева по специальности «Композиционные и порошковые материалы, покрытия». В 2020 году освоил программу подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре Акционерного Общества «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара».

Работает руководителем проекта отдела специальных неядерных материалов и технологий акционерного общества «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара». Диссертация выполнена в отделе специальных неядерных материалов и технологий акционерного общества «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара» Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом».

Научный руководитель – Семенов Александр Александрович, кандидат химических наук, главный эксперт отделения разработки технологии и оборудования специальных неядерных материалов и изотопной продукции Акционерного общества «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара».

Официальные оппоненты:

- Фомичев Валерий Вячеславович, доктор химических наук, профессор кафедры химии и технологии редких элементов им. К.А. Большакова Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «МИРЭА – Российский технологический институт» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации;

- Майников Дмитрий Вячеславович, кандидат технических наук, начальник лаборатории акционерного общества «Ведущий проектно-изыскательский и научно-исследовательский институт промышленной технологии»;

дали **положительные** отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – акционерное общество «Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии» (Москва), в своём **положительном** отзыве, составленном Соловьевой Ларисой Геннадьевной, кандидатом технических наук, начальником научно-технического отдела, указала, что диссертация Коробейникова Д.А. выполнена на актуальную тему, обращение в бериллийсодержащими отходами является актуальной проблемой в связи с повышающимися экологическими требованиями по обеспечению безопасности предприятий, работающих с бериллием, который является веществом 1 класса опасности. В Госкорпорации «Росатом» в последние годы ведутся работы по восстановлению недостающих технологических переделов стратегически важного для государства бериллиевого производства полного цикла, в процессе эксплуатации которого будут накапливаться высокотехнологические бериллийсодержащие отходы, требующие иммобилизации. Бериллий и тритий являются также важными компонентами и перспективными материалами термоядерной энергетики. Работа с ними требует особых мер как на стадии проведения эксперимента, так и при обращении с отходами и выводом термоядерных установок из эксплуатации. Задача совместной иммобилизации трития и бериллия в сложных отходах ранее не рассматривалась и также является актуальной. Диссертация удовлетворяет требованиям пп. 9, 10 и 14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 (в действующей редакции), предъявляемым к диссертациям на соискание учёной степени кандидата наук, а ее автор – Коробейников Денис Анатольевич – заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов (отзыв рассмотрен и обсужден на заседании научно-технического совета акционерного общества «Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии» от «18» января 2024 года №1).

Соискатель имеет 10 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации опубликовано 10 работ, из них в рецензируемых научных изданиях опубликованы 10 работ. Общий объём публикаций составляет 82 страницы. **В диссертационной работе отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем учёной степени работах.** 10 работ опубликовано с соавторами. Личный вклад в работы, опубликованные в соавторстве, составляет более 75 %, и заключается в постановке целей и задач проведения исследований, проведении экспериментов по иммобилизации оксида бериллия, тетрафторобериллата аммония, трития и дейтерия, определении эксплуатационных свойств и определении адгезионной характеристики цементобетонных, обосновании образования минеральных форм бериллия в цементобетоне, обработке и систематизации полученных результатов в ходе проведения исследований, математическом описании происходящих процессов, формулировке выводов, подготовке публикаций по выполненной работе. Результаты диссертационной работы представлены и обсуждены на 6 международных и всероссийских научных конференциях и форумах; монографий и депонированных рукописей соискатель не имеет.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Иммобилизация высокотоксичных бериллийсодержащих отходов в цементном компаунде с использованием суперпластификаторов из класса поликарбоксилатов / А.А. Семенов, Н.И. Шипунов, А.И. Жиделёв, **Д.А. Коробейников** [и др.] // Атомная энергия. – 2017. – № 122. – С. 93–98. (**Web of Science, Scopus**)

2. Коробейников Д.А. Физико-химическое обоснование процесса выщелачивания бериллия из цементобетонных матриц / **Д.А. Коробейников**, А.А. Семенов // Вопросы атомной науки и

техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. – 2022. – № 2 (113). – С. 43–55. (№ 776 Перечня ВАК от «31» января 2022 года)

3. Имобилизация материалов, содержащих тритий и бериллий, в цементобетонных матрицах / Д.А. Коробейников, А.А. Семенов, А.Н. Букин [и др.]. // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. – 2023. – № 1 (117). – С. 55–62. (№ 776 Перечня ВАК от «31» января 2022 года).

На диссертацию и автореферат поступило 26 отзывов, **все положительные**. В отзывах указывается, что представленная к защите диссертационная работа характеризуется высокой актуальностью, научной ценностью и имеет большое значение для теории и практики имобилизации бериллийсодержащих отходов в Российской Федерации.

Отзывы отправили:

Коротких Дмитрий Николаевич, доктор технических наук, первый заместитель центра финансовой ответственности «Наука и технологии» акционерного общества «Институт Оргэнергострой»; Тедиашвили Виктор Васильевич, кандидат физико-математических наук, руководитель центра компетенции «Выход из эксплуатации особо опасных и технически сложных объектов» акционерного общества «Институт Оргэнергострой»; Ибрагимов Сергей Акиф оглы, кандидат химических наук, индивидуальный предприниматель; Бутрим Виктор Николаевич, доктор технических наук, главный металлург акционерного общества «Композит»; Струля Игорь Леонардович, начальник отделения бериллия акционерного общества «Композит»; Сизенёв Виктор Семёнович, кандидат технических наук, главный научный сотрудник акционерного общества «Композит»; Колтунова Наталья Владимировна, кандидат технических наук, начальник лаборатории физических методов исследования акционерного общества «Научно-исследовательский институт и научно-производственное объединение «Луч»; Борисова Наталья Евгеньевна, доктор химических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории дозиметрии и радиоактивности окружающей среды кафедры радиохимии химического факультета Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова; Буймов Сергей Анатольевич, заместитель генерального директора – главный инженер публичного акционерного общества «Новосибирский завод химконцентратов»; Хлытин Александр Леонидович, кандидат химических наук, начальник центральной научно-исследовательской лаборатории – заместитель главного инженера, по развитию, инновациям и технологическому обеспечению производства публичного акционерного общества «Новосибирский завод химконцентратов»; Васюнина Наталья Валерьевна, кандидат технических наук, доцент кафедры металлургии цветных металлов Института цветных металлов Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Сибирский федеральный университет»; Тимофеев Дмитрий Васильевич, кандидат технических наук, начальник цеха по производству изотопов акционерного общества «Производственное объединение «Электрохимический завод»; Манарбек Калымович Кыльшканов, доктор физико-математических наук, начальник научного центра акционерного общества «Ульбинский металлургический завод»; Цурика Андрей Анатольевич, кандидат технических наук, старший мастер опытного цеха открытого акционерного общества «Соликамский магниевый завод»; Натха Сергей Владиславович, кандидат технических наук, старший научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Научно-исследовательский институт промышленной и морской медицины» Федерального медико-биологического агентства России; Железнов Вениамин Викторович, доктор технических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории сорбционных процессов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт химии Дальневосточного отделения Российской академии наук; Русалев Ростислав Эдуардович, кандидат технических наук, менеджер проектов общества с ограниченной ответственностью «НОРД Инжиниринг»; Розенкевич Михаил Борисович, доктор химических наук, профессор, профессор кафедры технологии изотопов и водородной энергетики Федерального государственного бюджетного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»; Егоров Николай Борисович, кандидат химических наук, доцент отделения ядерно-топливного цикла

инженерной школы ядерных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета; Ялымов Алексей Игоревич, кандидат химических наук, заместитель руководителя отдела исследований и разработок общества с ограниченной ответственностью «Зика»; Королев Владимир Алексеевич, кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории технологии обращения с радиоактивными отходами акционерного общества «Радиевый институт им. В.Г. Хлопина»; Чуб Александр Васильевич, доктор технических наук, общество с ограниченной ответственностью «Современные технологии»; Ильин Вадим Анатольевич, кандидат технических наук, ведущий инженер-технолог Федерального государственного унитарного предприятия «Объединённый эколого-технологический и научно-исследовательский центр по обезвреживанию радиоактивных отходов и охране окружающей среды»; Юрченко Андрей Юрьевич, кандидат технических наук, ведущий инженер-технолог Федерального государственного унитарного предприятия «Объединённый эколого-технологический и научно-исследовательский центр по обезвреживанию радиоактивных отходов и охране окружающей среды»; Хвостов Сергей Сергеевич, начальник лаборатории технологий обращения с радиоактивными отходами и коррозионных процессов акционерного общества «Институт реакторных материалов»; Легких Кристина Геннадьевна, начальник лаборатории химико-технологических и радиохимических исследований акционерного общества «Государственный научный центр Российской Федерации – Физико-энергетический институт имени А.И. Лейпунского»; Василевский Пётр Юрьевич, кандидат геолого-минералогических наук, руководитель направления лаборатории научно-исследовательской лаборатории 5 акционерного общества «Ведущий проектно-изыскательский и научно-исследовательский институт промышленной технологии».

В отзывах сделаны следующие замечания (далее страницы указаны по автореферату):

– По тексту диссертации используются выражения «адгезионные характеристики» и «диффузионные характеристики». Вместе с тем, результатами исследований являются только усилие отрыва в первом случае и коэффициент диффузии трития во втором. Таким образом по отношению к этим характеристикам не вполне корректно использовать множественное число.

– Корреляционный-регрессионный анализ данных состава растворов выщелачивания в третьей главе диссертации позволил автору предположить образование в бетонах пяти минералов бериллия, однако рентгенографические исследования обнаружили только один – лейфит. В этом случае не стоило упоминать в выводах по работе оставшиеся четыре минерала, присутствие которых не удалось подтвердить рентгенографическим методом.

– На с. 96 и 97 диссертации более корректно написать не рентгенограмма, а дифрактограмма.

– В тексте диссертации встречаются некоторые стилистические недостатки, неточности.

– В тексте диссертации встречаются некоторые стилистические недостатки, неточности.

– Автор использовал в работе модельные выщелачивающие растворы, но не проводил экспериментов с реальными глубинными или пластовыми водами.

– В разделе 3.1.9 диссертации не указано из какой части бетонного блока берётся проба для рентгенофазового анализа, с поверхности или с глубины.

– Основной недостаток работы состоит в том, что автор не разработал способа надёжной иммобилизации тритиевых отходов.

– Разработанные и рекомендованные новые составы для иммобилизации бериллий- и тритийсодержащих отходов следовало отдельно и конкретно представить в выводах и заключении работы.

– В диссертации не дана оценка объема накопленных и вновь образующихся бериллий- и тритийсодержащих отходов, а, следовательно, сложно оценить востребованность предлагаемых решений для практической реализации в промышленности.

– Не представлена характеристика бериллийсодержащих отходов, используемых для настоящих исследований.

– Непонятно на каком основании в качестве добавок, формирующих цементную матрицу, были выбраны добавки 20Gold SCE, Aer 200S и St4R? Кроме этого, не сформулировано, какими свойствами должны обладать цементы и бетоны для эффективной иммобилизации отходов?

– На стр. 67 диссертации указано, что образцы № 1 и № 4 имеют большее В/Ц-отношение и, следовательно, меньшую прочность, в сравнении с другими образцами. Однако ранее, на рис. 3-2 значение В/Ц-отношения для образцов № 1 и № 2 – одинаковое. В чем тогда причина различия прочностей у образцов № 1 и № 2?

– Условия для выщелачивания D_2O , представленные на стр. 102-104 диссертации, различались для каждого из образцов, в части количества выщелачивающего раствора, массы воды в образце и площади поверхности образца. Образец, обладающий меньшей площадью контакта и взаимодействующий с меньшим количеством раствора (ГЦ), показал, соответственно, и меньшую степень извлечения. Следовательно, оценивать эффективность процесса и делать сравнительные выводы в таких условиях затруднительно.

– В тексте на стр. 114 диссертации указано, что исследовались образцы, содержащие и не содержащие бериллий, однако из данных, представленных в табл. 3-18, следует, что все образцы содержат бериллий. В чем отличие между образцами Т-1 и ВеТ-1?

– Сложно сравнивать влияние пластифицирующей добавки на выход трития (рис. 3-31), т.к. в состав пробы ВеТ-О изначально входило на 52 % больше воды с меткой трития, чем для других проб, и большее количество выщелоченного трития, в этом случае, может объясняться изначально повышенным его содержанием.

– Оценку стоимости материалов и трудозатрат для иммобилизации отходов следует представить в пересчете на 1 кг (1 г) бериллия и трития, а не 1 кг отходов.

– Не вполне удачно сформулирована научная новизна работы, не раскрыта суть полученных новых знаний.

– Не приводятся данные о соответствии разработанного технического регламента требованиям НП-093-14.

– На рис. 4 приведена корреляция концентраций выщелоченного алюминия с концентрациями выщелоченного бериллия, аппроксимированные двумя графиками, в тексте автореферата не приведён анализ представленных экспериментальных данных.

– В части описания методики подготовки образцов не описан метод введения трития в компаунд, не понятно каким образом достигалось равномерное распределение трития и бериллия внутри образцов при их приготовлении.

– Недостаточное представление сравнительного количественного анализа максимальной удерживающей способности модифицированного и немодифицированного бетона. Необходимо дополнить результаты указанием степени повышения удерживающей способности модифицированного бетона, разработанного соискателем, по сравнению с немодифицированным.

– Следует отметить, что автор предлагает пять возможных минеральных форм бериллия при иммобилизации фторобериллата аммония, а обнаруживается только одна.

– Не совсем понятно, почему в списке литературы отсутствуют ссылки на патенты или заявки на патенты диссертанта, решившего ряд практических задач.

– Автор в работе в начале указывает на несколько возможных адгезионных характеристик, а прописывает в результате только одну.

– Автор пишет про пять возможных минеральных форм бериллия при иммобилизации тетрафторобериллата аммония в цементобетонных матрицах, однако в работе в результате представлена только одна.

– Указывается предельная удерживающая способность модифицированных бетонов, но не приводится сопоставление с не модифицированными.

– Непонятно каким образом вводился тритий в состав цементобетона.

– Стр. 12. В третьем столбце табл. 3 непонятно, к какому сроку выщелачивания относятся приведённые данные концентраций перешедших в раствор макрокомпонентов?

– Стр. 15. Какова концентрация трития в воде, используемой для затворения цементобетонных смесей?

– Стр. 17, рис. 8б. С чем связан рост активности трития в растворе за мембраной на 10-14 сутки после начала испытаний?

– В каком температурном интервале возможна эффективная иммобилизация трития в цементобетонных матрицах?

– При описании материалов и методов исследования автор приводит лишь подробный список оборудования, задействованного при выполнении исследования, но не указывает используемую методологию проведения исследования и анализа результатов эксперимента.

– В экспериментальной части работы автором не приводится сравнение разработанных составов цементной смеси с ранее используемыми составами по эффективности иммобилизации бериллийсодержащих отходов.

– В тексте автореферата не приведена технологическая схема регламента иммобилизации бериллийсодержащих отходов для их перевода в безопасное состояние.

– Из текста автореферата не ясно, в чём заключается научная новизна технологического регламента иммобилизации тритийсодержащих отходов, поскольку качественных различий иммобилизации трития в случае использования различных вяжущих пластификаторов не выявлено и цементобетонные матрицы не позволяют надёжно удерживать тритийсодержащую воду.

– В автореферате указано, что методом рентгенографического анализа было показано, что наиболее вероятной минеральной фазой бериллия является лейфит в скрытокристаллической фазе, но автор не представил подтверждающих это результатов исследования.

– К сожалению, автору не удалось избежать отдельных неточностей и опечаток в тексте автореферата (например, отсутствие единого формата представления числовых данных).

– Необходимо объяснить на основании каких материалов автором сделан вывод о том, что для решения проблемы обращения с бериллий- и тритийсодержащими отходами наиболее перспективен именно вариант их иммобилизации с использованием цементобетонных составов, модифицированных современными пластифицирующими добавками.

– Автору необходимо пояснить соответствие существующим санитарным правилам и нормативам предложенного в заключении автором практическое использование бетонных блоков бериллийсодержащих отходов в качестве строительного материала.

– Необходимо объяснить, почему не рассматривалась смесь под номером № 4 при исследовании концентрации бериллия в растворах выщелачивания в зависимости от состава бетонной смеси и при проведении механических испытаний.

– Условия проведения исследования выщелачивания оксида дейтерия и трития не идентичны, при этом в работе приводится их сравнение и представлены результаты регрессионно-корреляционного анализа. Необходимо уточнить насколько корректно такое сравнение при различных условиях проведения эксперимента и обосновать отсутствие влияния методик экспериментов и методов анализа для различных серий экспериментов.

– Подтверждение методом рентгенографического анализа наиболее вероятной минеральной фазы бериллия (лейфита), по аморфному гало в районе линии 3,15А не совсем корректно. Аморфное гало может иметь и другое происхождение.

– Какие примеси (органические и неорганические) и в какой концентрации в воде существенно влияют на переход бериллия и трития из бетонной матрицы в воду?

– Какие отечественные аналоги могут быть применены в качестве пластифицирующей добавки Sika 20 Gold SCC? Проводились ли исследования на отечественных аналогах?

– Непонятно, исходя из каких соображений при отверждении соединений бериллия и трития использовали смеси на основе цемента с песком, и как выбирали их соотношение? Поскольку введение в цементный компаунд балласта в виде песка увеличивает объём отходов на захоронение, предложенный автором состав, требует пояснения.

– Все экспериментальные данные приведены без доверительного интервала, что не позволяет сделать заключение о достоверности полученных результатов. Так, например, средние значения результатов исследования механической прочности бетонных образцов рассчитаны по данным, крайние значения которых отличаются в 14-25 раз.

– С чем связан «пилообразный» характер диаграмм на рисунке 2, почему концентрация бериллия в растворах выщелачивания через 1 сутки максимальна, а далее с течением времени то увеличивается, то уменьшается с общей тенденцией к снижению.

– Также вызывает вопрос, каким образом по уравнению (2) рассчитывали коэффициент диффузии и каким образом модель описывает экспериментальные данные на рисунке 3-28, если все значения активности в течение первых 7 суток лежат значительно выше построенной прямой.

– Происходит ли химическое взаимодействие при контакте суперпластификатора 20 Gold SCC с водными растворами тетрафторобериллата аммония?

– Какие стадии подразумевает технологический процесс иммобилизации отходов бериллия, содержащих тритий?

– Названия химических модификаторов бетона концерна Sika приведены в сокращённом виде. Стоило указать полное торговое название данных продуктов согласно технической документации: Sika ViscoCrete-20 Gold SCC, Sika Aer-200 S, Sika Stabilizer-4 R.

– Автор широко использует пластифицирующие добавки Sika 20..., указывая на то, что они положительно влияют на связывание бериллия (см. стр. 18). Каков состав этих добавок, в чем, по мнению автора, их роль? Какова доступность к использованию этих добавок?

– Какова, в итоге, рекомендуемая автором предельная ёмкость готовых блоков по связыванию бериллия и трития?

– Делались ли попытки концентрирования и рециркуляции отходов бериллия и трития с целью снижения их объёмов, предназначенных для захоронения?

– Были ли проведены экономические оценки себестоимости единицы хранения отходов в предположении о реализации проекта в промышленных масштабах?

– Стр. 2 – в качестве одного из официальных оппонентов представлен Фомичев Валерий Вячеславович, доктор химических наук, член диссертационного совета 24.2.326.05 и представитель РТУ МИРЭА. Вопрос к диссертанту и его научному руководителю. Предусмотрены ли компетенции специалистов научной специальности 1.4.1 оппонировать диссертантам, защищающимся по специальности 2.6.8 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов?

– В автореферате практически отсутствует информация о количестве ссылочного материала, использованного для анализа проблемы, выносимой на защиту, и, в частности, на источник информации о предельно-допустимой концентрации бериллия в питьевой воде (стр. 3 последний абзац). Надо полагать, что такого в диссертации нет, и все требуемые по тексту ссылки сведены в раздел «Список литературы» в установленном порядке.

– Стр. 5 первый абзац – отсутствует расшифровка аббревиатуры ФБА, которая всё же появляется на стр. 7.

– В разделе автореферата «Список работ, опубликованных по теме диссертации» последняя (непронумерованная) работа по какой-то непонятной причине отнесена к категории работ, не входящих в список рецензируемых журналов ВАК, хотя предыдущие восемь из девяти указанных публикаций изданы в том же журнале и серии рецензируемых ВАК – Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы.

– Рисунок 1 (стр. 9-10) называется «Концентрация бериллия в порциях различных выщелачивающих растворов...», тогда как вертикальные оси графиков на этом рисунке имеют обозначение «Доля удерживаемого бериллия». Желательно также указать концентрации использованных выщелачивающих растворов хлорида, карбоната и сульфата натрия.

– В таблице 4 (стр. 13) данные 12 параллельных измерений имеют большой разброс. Например, для состава № 3 минимальное значение определяемой величины составляет 6,1 Н, максимальное 150,2 Н. При таком разбросе дисперсия среднего значения определяемой величины сравнима с самим этим значением. Представляется целесообразным или исключить выбивающиеся результаты как статистический выброс, или дать объяснение такому различию в результатах параллельных измерений.

– Вопрос использования отверждённых бериллийсодержащих отходов в качестве элементов строительных конструкций является дискуссионным. Срок службы бетонных конструкций

составляет порядок нескольких десятков лет. После чего их снова придётся фрагментировать и омоноличивать новой порцией бетонного раствора. В итоге, это может привести к возрастанию конечного объёма токсичных отходов, направленных на захоронение.

– Не описаны методы, с помощью которых были подтверждены исходные составы исследуемых цементобетонных смесей для иммобилизации тритийсодержащих отходов.

– Не определена необходимость разработки и использования элементов дополнительной физической защиты, для хранения иммобилизованных тритийсодержащих отходов, в связи с возможным выходом трития в окружающую среду.

– В экспериментальной части автореферата указано, что сравнение полученных характеристик исследуемых цементных компаундов удовлетворяют требованиям ГОСТ Р 51883-2002 «Отходы радиоактивные цементированные. Общие технические требования». Однако не указано соответствуют ли приведённые в Главе 2 методики определения кинетик выщелачивания бериллия и трития ГОСТ Р 52126-2003 «Отходы радиоактивные. Определение химической устойчивости отверждённых высокоактивных отходов методом длительного выщелачивания».

– В тексте автореферата нет обоснования объёма проведённых исследований. Автору следовало пояснить, что данный перечень характеристик цементного компаунда (скорость выщелачивания, механическая прочность, морозостойкость и т.д.) являются минимальным набором характеристик, установленных НП-019-15, а не предложены им.

– Из 9 статей по теме диссертации 8 опубликованы в журнале ВАНТ Серия: Материаловедение и новые материалы. Для повышения индекса цитирования целесообразно направлять статьи в различные журналы, что, несомненно, положительно отразится на будущих работах.

– Определение механической прочности, водонепроницаемости, а также морозостойкости четырёх составов бетонных смесей произведено без учёта введения оксида бериллия или ФБА.

– Данные по коэффициентам корреляции, приведённые на рисунке 4 и в таблице 3 по паре Ве-Al не соответствуют друг другу; не ясно, какой длительности выщелачивания соответствует рисунок 4.

– В таблице 4 некорректно усреднение усилий, различающихся более, чем на порядок (образцы 3 и 2), вызывает вопросы столь значительная разница в усилиях, необходимом для разрушения аналогичных по составу образцов.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается тем, что они являются признанными специалистами в химии и технологии целого ряда редких металлов, включая бериллий, что подтверждается наличием большого числа публикаций в ведущих научных рецензируемых изданиях, а также спецификой и профилем диссертационной работы и выполнен в соответствии с пп. 22 и 24 «Положения о присуждении научных степеней» «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 (в действующей редакции).

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований: получены количественные данные по выщелачиванию различных форм бериллия из цементобетонных смесей различного состава. **Определены** адгезионные характеристики цементобетонных смесей. **Установлена** предельная удерживающая способность бетонных матриц по отношению к бериллию. **Проведено** физико-химическое обоснование составов образующихся минералов бериллия в цементобетонных матрицах, рентгенографическим методом показано, что наиболее вероятной минеральной фазой бериллия при иммобилизации ФБА в них является лейфит. **Определены** диффузионные характеристики трития в новых цементобетонных составах. **Установлено** полное соответствие закономерностей выщелачивания оксидов дейтерия и трития из цементобетонных матриц.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что: раскрыты теоретические основы образования минералов бериллия в цементобетонных матрицах, **изложен** корреляционно-регрессионный подход, на основании которого обосновано существование таких минеральных форм бериллия как эвклаз, бавенит, аминовит, лейфит и миларит при иммобилизации тетрафторобериллата аммония в цементобетонных матрицах. **Изложен** новый подход к оценке

эффективности иммобилизации порошков нерастворимого оксида бериллия, основанный на данных по адгезии цементобетонных составов к керамических пластин из этого материала. **Изучены** и сопоставлены процессы выщелачивания оксидов дейтерия и трития из цементобетонных матриц и показаны преимущества использования дейтерия в экспериментах в качестве имитатора трития.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что: разработаны и внедрены технологический регламент (ТР 230.004-19) иммобилизации бериллийсодержащих технологических отходов производства АО «ВНИИНМ»; технологический регламент (ТР 230.003-19) иммобилизации тритийсодержащих отходов АО «ВНИИНМ». **Определена** предельная удерживающая способность бетонных матриц по отношению к бериллию.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

Результаты получены на сертифицированном оборудовании, обоснованы калибровки, показана воспроизводимость результатов исследования в различных условиях. Рабочие гипотезы исследования построены на известных проверяемых данных, фактах, в том числе для предельных случаев, согласуется с опубликованными экспериментальными данными по теме диссертации. Достоверность полученных результатов обеспечена применением нескольких независимых современных метрологически аттестованных методов анализа в соответствии с действующими государственными стандартами; протоколами испытаний и практическим использованием полученных результатов. **Использовали** рентгеноспектральный анализ для определения состава твердых цементобетонных образцов; атомно-абсорбционный и ICP-MS анализ для определения химического состава выщелачивающих растворов; жидкостную сцинтилляцию и спектроскопию поглощения света в ИК-диапазоне в многопоточных неаксиальных кюветах со сканированием по длинам волн для определения изотопного состава выщелачивающей воды. При определении закономерностей выщелачивания бериллия и компонентов цементобетона был применен корреляционно-регрессионный анализ. Для определения минеральных фаз бериллия в цементобетонных матрицах был использован рентгенографический анализ.

Выводы диссертации обоснованы, не вызывают сомнения и согласуются с современными представлениями о процессах иммобилизации высокотоксичных и радиоактивных отходов в цементобетонных матрицах.

Личный вклад соискателя состоит в постановке целей и задач проведения исследований, проведении экспериментов по иммобилизации оксида бериллия, тетрафторобериллата аммония, трития и дейтерия, определении эксплуатационных свойств и определении адгезионной характеристики цементобетонов, обосновании образования минеральных форм бериллия в цементобетоне, обработке и систематизации полученных результатов в ходе проведения исследований, математическом описании происходящих процессов, формулировке выводов, подготовке публикаций по выполненной работе.

В ходе защиты были заданы **следующие вопросы и критические замечания:**

1. Как крепится диск к образцу?
2. Как происходит разрушение образцов и отрыв диска?
3. Работа посвящена смешанным радиоактивным и высокотоксичным отходам или по отдельности?
4. К каким отходам относится ваш материал?
5. К какому классу относятся ваши радиоактивные отходы с тритием и бериллием?
6. Лейфит: почему определили только его?
7. Как Вы определяли минерал всего по одной линии?
8. Где технология обращения с отходами?
9. Представьте закономерности процесса иммобилизации в пунктах научной новизны, в частности для адгезионных характеристик?
10. Какой принцип выбора модифицирующих добавок?
11. Каким образом проводили эксперименты по выщелачиванию?
12. Каким образом выбирали интервалы между отбором проб?

13. Почему вы предположили, что будут различия между дейтерием и тритием?
14. Почему график выщелачивания ступенчатый, Вы изучали механизм этого процесса?
15. Образцы цилиндрические и кубические, почему вы не привели их к одной поверхности?
16. Каков объём исследований? Насколько результаты статистически значимы?
17. Были ли превышения ПДК бериллия при выщелачивании цементных матриц?
18. Каковы объект и предмет исследования?
19. Тритий иммобилизовали в виде воды или в виде газа?
20. Воздухововлекающие добавки что дают в вашем случае?
21. «Иммобилизация жидких тритиевых отходов остекловыванием» это правильно?
22. Технологические регламенты иммобилизации трития и бериллия в выводах автореферата имеют один и тот же номер. Разве это верно?

Соискатель Коробейников Д.А. ответил на заданные ему в ходе защиты диссертации вопросы и привел собственную аргументацию:

На **первый вопрос** соискатель ответил, что диск крепится к образцу путём установления на него пластиковой трубки в которую, заливали бетон. На **второй вопрос** соискатель пояснил, что разрушение образца происходило по границе «бетон-подложка» либо по массиву бетона. На **третий вопрос** соискатель пояснила, что работа посвящена как смешанным радиоактивным и высокотоксичным отходам так и тем и другим отходам по отдельности. На **четвёртый вопрос** соискатель ответил, что бериллиевые отходы относятся к первому классу опасности, а бетонированные бериллиевые отходы к третьему классу опасности. На **пятый вопрос** соискатель ответил, что отходы относятся к третьему классу опасности. На **шестой вопрос** соискатель ответил, что лейфит идентифицировался в процессе обнаружения по дифрактограмме, в отличие от других минералов бериллия. На **седьмой вопрос** соискатель ответил, что лейфит идентифицировали по гало в районе линии 3,15А, так как прочие его линии накладывались на линии других минералов. На **восьмой вопрос** соискатель ответил, что технология обращения изложена в диссертации. На **девятый вопрос** соискатель пояснил что основной выявленной закономерностью является то, что модифицированные цементобетоны намного прочней удерживают бериллий, чем немодифицированные. На **десятый вопрос** соискатель ответил, что выбранные для исследования добавки используются в современных самоуплотняющихся бетонах. На **одиннадцатый вопрос** соискатель ответил, что выщелачивание проводили путём погружения образцов в выщелачивающие растворы с их периодической заменой на свежие. На **двенадцатый вопрос** соискатель ответил, что интервалы между отбором проб регламентированы стандартом. На **тринадцатый вопрос** соискатель пояснил, что идентичность дейтерия и трития у некоторых исследователей вызывала сомнения, поэтому потребовалось провести дополнительные обосновывающие эксперименты. На **четырнадцатый вопрос** соискатель ответил, что ступенчатый характер возможно связан с вскрытием отдельных закрытых пор с переходом бериллия в раствор. Механизм этого процесса исследован не был. На **пятнадцатый вопрос** соискатель ответил, что на выщелачивание влиял объём образцов. На **шестнадцатый вопрос** соискатель ответил, что для каждого эксперимента изготавливали по 12 образцов для набора статистики. На **семнадцатый вопрос** соискатель ответил, что превышения ПДК по бериллию в воде были, в основном в начальные моменты выщелачивания немодифицированных образцов. На **восемнадцатый вопрос** соискатель ответил, что объект исследования — это бетонные матрицы, а предмет — это процесс иммобилизации отходов. На **девятнадцатый вопрос** соискатель ответил, что тритий иммобилизовали в виде воды. На **двадцатый первый** вопрос соискатель ответил, что воздухововлекающие добавки останавливают рост трещин и повышают морозостойкость. По **двадцать первому** и **двадцать второму** вопросу соискатель согласился с тем, что это опечатки.

На заседании 19 марта 2024 года диссертационный совет за решение научной задачи по развитию и совершенствованию подходов к иммобилизации в цементобетонных матрицах высокотоксичных и радиоактивных отходов, содержащих бериллий и тритий, для обеспечения экологической безопасности создаваемого в России производства бериллия и безопасной эксплуатации установок, использующих тритий, принял решение присудить Коробейникову Денису Анатольевичу ученую степень кандидата технических наук.

Диссертация соответствует требованиям пп. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года № 842 (в действующей редакции). По своему содержанию диссертация отвечает паспорту специальности 2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов по направлению исследования: 10 «Снижение отходности производств, фиксация отходов в виде малоподвижных, безопасных для окружающей среды соединений или трансформация их в полезные продукты». Результаты выполненной диссертационной работы могут быть рекомендованы для фиксации бериллийсодержащих отходов в модифицированные цементобетонные матрицы, в том числе при изготовлении цементобетонных блоков, используемых при работе с бериллием и его соединениями, а также для использования дейтерия вместо трития при исследовании его иммобилизации в минеральных матрицах, для фиксации тритийсодержащих отходов модифицированными цементобетонными составами, используя при этом дополнительный защитный барьер в виде герметичных металлических контейнеров.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 13 человек, из них 12 докторов наук по научной специальности 2.6.8. Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов, участвовавших в заседании, из 18 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 12 (двенадцать), против – 1 (один), недействительных бюллетеней – нет.

Председатель
диссертационного совета,
доктор химических наук



Алексей Владиленович Ананьев

Ученый секретарь
диссертационного совета,
кандидат технических наук

Ирина Геннадьевна Лесина

«19» марта 2024 года