

## ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

официального оппонента на диссертацию **Рахимова Алимардона Восибовича** «РАДИОХИМИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОДИСПЕРСНОГО СЕЛЕНА-82 С НИЗКИМ СОДЕРЖАНИЕМ РАДИОАКТИВНЫХ ПРИМЕСЕЙ И АНАЛИЗ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ НИЗКОФОНОВЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ» на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.13 (02.00.14) – Радиохимия

### **Актуальность работы**

Актуальность работы связана с необходимостью получения и анализа материалов с ультрамалым содержанием радиоактивных примесей. Такие материалы используются, например, при физических экспериментах, связанных с поиском частиц темной материи, изучении двойного бета-распада, регистрации и определении характеристик нейтрино. В частности,  $^{82}\text{Se}$  считается одним из лучших кандидатов для поиска безнейтринной моды в международном низкофоновом эксперименте SuperNEMO. Для успеха этого эксперимента необходимы килограммовые количества изотопно-обогащенного  $^{82}\text{Se}$  с низким содержанием радиоактивных примесей калия ( $^{40}\text{K}$ ), радия ( $^{226}\text{Ra}$ ), актиния ( $^{227}\text{Ac}$ ), тория ( $^{232}\text{Th}$ ) и урана ( $^{238}\text{U}$ ). Таким образом, задача разработки метода получения и анализа материалов на основе  $^{82}\text{Se}$  с ультрамалым содержанием природных и техногенных радиоактивных примесей является весьма важной и актуальной.

**Целями диссертационной работы** являлось получение элементного селена-82 с низким содержанием радиоактивных примесей  $^{40}\text{K}$ ,  $^{226}\text{Ra}$ ,  $^{227}\text{Ac}$ ,  $^{232}\text{Th}$  и  $^{238}\text{U}$  для использования его в виде фольг в низкофоновом эксперименте SuperNEMO, а также определение содержания  $^{232}\text{Th}$  и  $^{238}\text{U}$  в полиэтилене нейтронной защиты низкофоновой установки EDELWEISS.

### **Основное содержание работы**

Во **введении** отражены актуальность исследований, их научная новизна и практическая значимость, сформулирована цель работы и очерчен круг задач, которые необходимо было решить для достижения поставленных целей.

В **первой главе** представлен обзор литературы, посвященный источникам фона при проведении ядерно-физических низкофоновых экспериментов, дан краткий обзор экспериментов NEMO-3/SuperNEMO и EDELWEISS. Обсужден метод радиоактивных индикаторов, основные моменты для разработки методики очистки селена, а также методики выделения радионуклидов из мишени тория, облученного протонами. Приведены сведения о химических и физико-химических свойствах селена и его соединений, а также методов его получения и анализа.

Во **второй главе** описаны методики получения радионуклидов из ториевой мишени, а также исследование сорбции ряда элементов на катионообменной смоле в растворах селенистой кислоты.

В **третьей главе** описаны результаты определения содержания примесей в химических реактивах (бидистиллированной воде, азотной кислоте и изопропиловом спирте) и полимерных материалах (химическая посуда и хроматографические колонки, полиэтилен нейтронной защиты).

**Четвертая глава** посвящена разработке методики очистки, кондиционирования и анализа селена. Очистка и кондиционирование селена состоит из следующих основных процедур: приготовление исходного раствора селенистой кислоты; хроматографическая очистка; восстановление селенистой кислоты до селена с помощью диоксида серы ( $\text{SO}_2$ ); отделение селена от раствора, промывка водой и спиртом; вакуумная сушка.

Примеси из растворов селенистой кислоты отделяли на сульфокатионите Dowex 50W $\times$ 8. При элюировании растворами азотной кислоты различной концентрации успешно отделяются примеси K, Ra, Ac, U и Th. Предложено проводить элюирование примесей в обратном направлении, что позволяет получить более чистый продукт. Разработанная хроматографическая методика позволила получить селен, в виде  $\text{SeO}_2$  с низким уровнем радиоактивных примесей. Разработанный метод был использован для очистки большой партии природного селена (600 г). Приемлемый уровень примесей в полученных тонких селеновых фольгах в целом подтвердил эффективность и перспективность методик очистки и кондиционирования селена. По разработанному методу была проведена очистка большой партии (2,5 кг) изотопно-обогащенного селена в виде двуокиси  $^{82}\text{SeO}_2$ . Удельные активности радиоактивных примесей в фольгах  $^{82}\text{Se}$  «Дубна» составили:  $^{232}\text{Th}$  ( $^{208}\text{Tl}$ ) и  $^{226}\text{Ra}$  ( $^{214}\text{Bi}$ ) 22 – 150 (8 – 54) мкБк/кг,  $<600(<600)$  мкБк/кг, соответственно; для фольг  $^{82}\text{Se}$  «Франция» -  $<294(<106)$  мкБк/кг и  $<1370$  мкБк/кг, соответственно. Содержание примесей  $^{208}\text{Tl}$  уменьшилось  $\sim$  в 50 раз,  $^{214}\text{Bi}$  – более чем в 2,5 раза,  $^{40}\text{K}$  - в 6 раз и  $^{238}\text{U}$  в 7 раз.

**Научная новизна работы** заключается:

- в разработке реверсной катионообменной хроматографической очистки селена с вымыванием примесей в направлении, обратном элюированию продукта;
- впервые предложен и осуществлен на практике метод получения высокодисперсного элементного  $^{82}\text{Se}$  с низким содержанием радиоактивных примесей;
- разработана методика отделения облученного протонами тория от радионуклидов с помощью анионообменника AG-1 $\times$ 8 и последующего их разделением на катионообменной колонке со смолой AG-50 $\times$ 8;

-впервые определены коэффициенты распределения Th, U, Ra, Ac, Cs, Co, PЗЭ на катионообменной смоле Dowex 50W×8 в растворах селенистой кислоты.

**Практическая значимость** работы состоит в разработке способа хроматографической очистки селена от большинства радиоактивных примесей с получением продукта, удовлетворяющего требованиям низкофонных экспериментов. Разработанный метод может быть использован для эффективной очистки других веществ, например,  $^{76}\text{Ge}$ ,  $^{130}\text{Te}$ .

**Достоверность** полученных результатов диссертационной работы обеспечена использованием современных инструментальных методов анализа веществ, материалов и реактивов, и сомнений не вызывает.

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

1. С.52, таблица 13. Нет размерности коэффициентов распределения ионов в системе AG 50W×8-HNO<sub>3</sub>. Не было необходимости приводить все известные значения Кд, можно было ограничиться теми элементами, которые изучали в работе.

2. С.55, рис.16. Приведено непонятное обозначение концентрации радионуклидов - %/мл.

3. При оценке пригодности использования посуды из полимерных материалов целесообразнее было бы определять не содержание в них примесей, а степень выщелачивания примесей при контакте с рабочими растворами.

4. Излишне подробное описание методик определения чистоты реактивов и посуды. Это можно было вынести в отдельный, относительно небольшой раздел в главе 2.

Высказанные выше замечания носят не принципиальный характер и не влияют на общую положительную оценку данной диссертационной работы, выполненной на высоком экспериментальном и научном уровне. Представленная диссертация является самостоятельной и законченной научно-квалификационной работой и соответствует паспорту специальности научных работников 1.4.13 (02.00.14) – Радиохимия. Достоверность и новизна научных положений, выводов и рекомендаций сомнений не вызывает. Основные выводы диссертанта убедительно подтверждены полученными экспериментальными результатами, в том числе полученными при наработке больших партий готового продукта с требуемым содержанием радиоактивных примесей. Законченность и полноту исследования подтверждают наличие 11 печатных работ, из них 4 статьи - в рецензируемых научных журналах. Результаты работы неоднократно докладывались на престижных российских и международных конференциях. Автореферат соответствует основному содержанию диссертации.

Таким образом, представленная диссертация по актуальности, новизне, практической значимости соответствует п. 9 Постановления Правительства РФ от 24.09.2013 N 842 (ред. от 11.09.2021) "О порядке присуждения ученых степеней", в работе предложено решение важной для радиохимии научной задачи – разработки метода получения элементного селена-82 с низким содержанием радиоактивных примесей для использования его в низкофономом эксперименте SuperNEMO, а ее автор - **Рахимов Алимардон Восибович** заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.13 (02.00.14) – Радиохимия.

Милютин Виталий Витальевич, доктор химических наук (специальность 02.00.14- радиохимия), заведующий лабораторией хроматографии радиоактивных элементов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физической химии и электрохимии имени А.Н. Фрумкина Российской академии наук (ИФХЭ РАН)

119071, Москва, Ленинский проспект, 31, корп. 4; <http://www.phyche.ac.ru/>,  
E-mail: [vmilyutin@mail.ru](mailto:vmilyutin@mail.ru), тел.: +7(495)335-9288

«16» мая 2022 г.



(подпись)

Подпись Милютина Виталия Витальевича заверяю:  
Ученый секретарь ИФХЭ РАН, к.х.н. Н.А. Гладких



<p><b>Сведения об официальном оппоненте</b></p> <p><i>диссертационной работы Рахимова Алимардона Восибовича «Радиохимические аспекты получения высокодисперсного селена-82 с низким содержанием радиоактивных примесей и анализ материалов для низкофоновых исследований» на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.13 – радиохимия</i></p>	
Ф.И.О. оппонента	Милютин Виталий Витальевич
Ученая степень, включая отрасль наук и номер специальности, по которой защищена докторская (кандидатская) диссертация, ученое (академическое) звание	Доктор химических наук, радиохимия, 02.00.14 (1.4.13 – по новой номенклатуре), старший научный сотрудник (ВАК)
Полное наименование места работы	Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физической химии и электрохимии имени А.Н. Фрумкина Российской академии наук (ИФХЭ РАН)
Адрес и телефон места работы	119071, Москва, Ленинский проспект, 31, корп. 4 тел.: +7(495)335-9288
Структурное подразделение	Лаборатория хроматографии радиоактивных элементов
Занимаемая должность	Заведующий лабораторией
Email	vmilyutin@mail.ru
<p>Список публикаций в соответствующей сфере исследований за последние 5 лет в рецензируемых журналах (не более 15)</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. В. В. Милютин, Н.А. Некрасова, Н.Ю. Яничева, Г.О. Калашникова, Я.Ю. Ганичева. Сорбция радионуклидов цезия и стронция на кристаллических титаносиликатах щелочных металлов // Радиохимия. 2017. Т.59. № 1. С. 59-62.</li> <li>2. П.В. Козлов, М.Б. Ремизов, М.В. Логунов, В.В. Милютин, А.М. Егорин, В.А. Авраменко. Сорбционное извлечение цезия из модельных щелочных ВАО на резорцинформальдегидных смолах отечественного производства // Вопросы радиационной безопасности. 2017. № 1. С. 34-41.</li> <li>3. Сорбция цезия из щелочных растворов на резорцинформальдегидных сорбентах // Радиохимия. 2019. Т. 61. № 6. С. 507-511. DOI: 10.1134/S003383111906011X. Milyutin V.V., Zelenin P.G., Kozlov P.V., Remizov M.B., Kondrutskiy D.A. Sorption of Cesium from Alkaline Solutions onto Resorcinol-Formaldehyde Sorbents // Radiochemistry. 2019. Vol. 61. No. 6. P. 714-718. DOI: 10.1134/S1066362219060122 (РИНЦ, WoS)</li> <li>4. Самарина Н.С., Машкин А.Н., Маркова Д.В., Кадочигов К.А., Лукин С.А., Мелентьев А.Б., Харлова Е.Д., Шадрин А.Ю., Двоглазов К.Н., Милютин В.В. Применение динамической тангенциальной фильтрации для решения технологических задач проекта «Прорыв» // Атомная энергия. 2019. Т. 127. № 4. С.</li> </ol>	

28-36. Samarina N.S., Mashkin A.N., Markova D.V., Kadochigov K.A., Lukin S.A., Melentyev A.B., Harlova E.D., Shadrin A.Yu., Dvoeglazov K.N., Milyutin V.V. Application of Dynamic Cross-Flow Filtration for Solving the Technological Problems of Project Breakthrough // Atomic energy. 2020. V. 127. P. 228-236. DOI: 10.1007/s10512-020-00615-5. WOS: 000510091600002.

5. Москальчук Л.Н., Милютин В.В., Некрасова Н.А., Леонтьева Т.Г., Баклай А.А., Белоусов П.Е., Крупская В.В. Алюмосиликатные сорбенты на основе глинисто-солевых шламов ОАО «Беларуськалий» для сорбции радионуклидов цезия и стронция // Радиохимия. 2020. Т. 62. № 3. С. 228-233. DOI: 10.31857/S0033831120030065. Maskalchuk L.N., Milyutin V.V., Nekrasova N.A., Leontieva T.G., Baklay A.A., Belousov P.E., Krupskaya V.V. Aluminosilicate Sorbents Based on Clay-Salt Slimes from JSC «Belaruskali» for Sorption of Cesium and Strontium Radionuclides // Radiochemistry. 2020. Vol. 62. № 3. P. 381-386. DOI: 10.1134/S1066362220030108. WOS: 000546701000010.
6. Милютин В.В., Некрасова Н.А., Каптаков В.О., Козлитин Е.А. Разработка унифицированной методики определения сорбционно-селективных характеристик сорбционных материалов по отношению к радионуклидам цезия и стронция // Вопросы радиационной безопасности. 2020. № 3. С. 16-21.
7. Милютин В.В., Некрасова Н.А., Каптаков В.О. Современные сорбционные материалы для очистки жидких радиоактивных отходов от радионуклидов цезия и стронция // Радиоактивные отходы. 2020. № 4 (13), С.80-89. DOI: 10.25283/2587-9707-2020-4-80-89. Milyutin V.V., Nekrasova N.A., Kaptakov V.O. Modern Sorption Materials for Cesium and Strontium Radionuclide Extraction from Liquid Radioactive Waste // Radioactive Waste. 2020. № 4 (13). P. 66-73.
8. Каптаков В.О., Милютин В.В., Некрасова Н.А., Зеленин П.Г., Козлитин Е.А. Наночелночрацноное извлеченне урапа и тория из водных растворов // Радиохимия. 2021. Т. 63, № 2. С. 139-141. DOI: 10.31857/S0033831121020064. Kaptakov V.O., Milyutin V.V., Nekrasova N.A., Zelenin P.G., Kozlitin E.A. Nanofiltration extraction of uranium and thorium from aqueous solutions // Radiochemistry. 2021. Vol. 63, No. 2. P. 169-171. DOI: 10.1134/S1066362221020065.
9. Милютин В.В., Некрасова Н.А., Белоусов П.Е., Крупская В.В. Сорбция радионуклидов  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{90}\text{Sr}$  и  $^{233}\text{U}$  на различных природных сорбентах // Радиохимия. 2021. Т. 63, № 6. С. 510-516. DOI: 10.31857/S0033831121060022.

15 мая 2022 г.

 /Милютин В.В./

Подпись Милютина В.В. заверяю:

Ученый секретарь ИФХЭ РАН,  
кандидат химических наук



Н.А. Гладких