

Голові разової спеціалізованої вченої ради Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України, доктору технічних наук, професору, в.о. провідного наукового співробітника відділу технології вирощування монокристалів Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України Сідлецькому Олегу Цезаревичу

ВІДГУК

Рецензента, доктора хімічних наук, професора, завідувача лабораторії синтезу сцинтиляційних матеріалів Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України Чергинця Віктора Леонідовича на дисертаційну роботу Сібілева Миколи Львовича «Отримання комбінованих сцинтиляційних елементів методом 3D-друку», що подається на здобуття наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю 132 – Матеріалознавство

1. Обґрунтування вибору теми дослідження та її зв'язок із планами наукових робіт Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України.

Детектори на основі сцинтиляційних матеріалів є робочим тілом в сучасних системах детектування іонізуючого випромінювання, зокрема, вони широко використовуються у фізиці високих енергій. Це визначає актуальність робіт, присвячених створенню нових видів таких сцинтиляторів і технологій їх виробництва.

Основними вадами існуючих технологій виготовлення сцинтиляторів є значна кількість відходів, що утворюються при виготовленні матеріалу і його обробці, досить велика тривалість процесу, значна частка ручної праці. Це істотно знижує економічну ефективність відповідних виробництв.

Дисертацію присвячено питанням отримання комбінованих сцинтиляторів методом 3D-друку. В роботі розроблено матеріали, досліджено способи їх формування в єдиному циклі 3D-друку методом FDM (Fused Deposition Modeling) з використанням вихідних матеріалів з різними функціональними властивостями. 3D-друк спрощує виготовлення детекторів різного складу протягом короткого часу, починаючи з формування потрібної моделі і закінчуючи друком готового виробу.

Робота виконувалась в Інституті сцинтиляційних матеріалів НАН України в рамках держбюджетних тем та гранту.

Метою дисертаційної роботи є розроблення вихідних матеріалів та технологічних підходів для виготовлення комбінованих сцинтиляторів з використанням 3D-друку за технологією FDM.

Завдання, що вирішувались в роботі:

- розробка композиційних матеріалів для виготовлення філаментів та 3D-друку детекторів для реєстрації рентгенівського, α -, β -випромінювання і нейтронів на основі гранул неорганічних сцинтиляторів, диспергованих в оптично прозорих термопластичних середовищах;
- розробка абсорбційних матеріалів для виготовлення філаментів для 3D-друку на основі металевих сплавів та композиційних матеріалів з

- порошками металів, диспергованих в термопластичні сполучники;
- виготовлення методом FDM 3D-друку тонкошарових композиційних сцинтиляторів для реєстрації рентгенівського, α -, β - випромінювання, нейтронів та приладів рентгенівської візуалізації. Дослідження впливу складу композиційних матеріалів на сцинтиляційні параметри виготовлених детекторів;
 - виготовлення методом FDM 3D-друку у єдиному технологічному циклі багатошарових комбінованих сцинтиляційних елементів, які складаються з матеріалів різних типів, та дослідити їх властивості. Дослідження впливу теплофізичних параметрів матеріалів та режимів 3D-друку на геометричні та функціональні властивості комбінованих сцинтиляційних елементів.

Об’єкт дослідження: матеріали, процеси та технологічні підходи отримання комбінованих сцинтиляторів для реєстрації іонізуючого випромінювання та калориметрії методами адитивних технологій.

Предмет дослідження: сцинтиляційні властивості комбінованих сцинтиляторів, залежність їх характеристик від складу компонентів, умов отримання (параметри 3D-друку) та геометричної конфігурації.

Методи досліджень.

Формування композиційних сцинтиляційних, світлопровідних, світловідбиваючих та абсорбційних філаментів на основі термопластичних матеріалів проведено методом екструзії. Виготовлення комбінованих сцинтиляторів на основі термопластичних матеріалів з використанням 3D-друку за технологією FDM. Спектрометричний метод (сцинтиляційні характеристики), для спектрофотометрії. Для вимірювання просторової роздільної здатності – метод розділених пар дротів. Для дослідження однорідності абсорбційних шарів – метод ICP MS з лазерною абляцією. Для дослідження характеристик надрукованого пошарового елементу детектору типу «Шашлик» - метод співпадінь. Дослідження теплофізичних параметрів матеріалів та режимів 3D-друку -математичне моделювання та експериментальна верифікація.

2. Формулювання наукового завдання, нове вирішення якого отримано в дисертації.

Розроблення вихідних матеріалів та технологічних підходів для виготовлення комбінованих сцинтиляторів з використанням технологій 3D-друку за технологією FDM.

3. Загальна характеристика роботи та отриманих у ній результатів

Структура та обсяг дисертації. Дисертаційна робота складається із анотації, вступу, п’яти розділів, висновків, списку використаних джерел літератури та трьох додатків. Загальний обсяг роботи складає 191 сторінку, з них 141 сторінка основного тексту (вступ, розділи дисертації та висновки). Список використаних джерел літератури містить 217 найменувань. Дисертація містить 15 таблиць, 47 рисунків.

Дисертація є завершеним дослідженням, написаним грамотною науковою мовою, її наукові положення роботи повністю викладено у п’яти статтях у

журналах, що реферуються у базі даних Scopus, а також у шести тезах доповідей, одержано 1 патент на винахід України і 1 патент на корисну модель України.

У першому розділі проведено огляд літератури щодо сучасних неорганічних, пластмасових композиційних та комбінованих сцинтиляторів, проаналізовано сучасний стан технології 3D друку композиційними матеріалами. Постановка і структура роботи чітко витікають з розглянутого літературного матеріалу.

У другому розділі описано розроблені методики виготовлення філаментів, 3D друку композиційних матеріалів і їх складових та методики дослідження їх функціональних властивостей.

Третій розділ присвячений розробці технологічних основ виготовлення композиційних матеріалів на основі неорганічних сцинтиляторів та їх дослідженню.

У четвертому розділі наведено результати щодо розробки і виготовлення абсорберу для використання у детектуючих сцинтиляційних елемента типу «Шашлик» і результати досліджень їх властивостей.

П'ятий розділ присвячений результатам, одержаних при розробці нейтроночутливих детекторів на основі сульфіду цинку та дослідженню їх функціональних властивостей.

4. Наукові положення, розроблені особисто дисертантом, та їх новизна.

1. Запропоновано та реалізовано нові технологічні підходи адитивного формування комбінованих сцинтиляційних елементів, які складаються з шарів різного функціонального призначення (сцинтиляційні, світловідбивні, абсорбційні, світлопровідні), надрукованих сумісними комбінаціями різних матеріалів (полімер, композиційний матеріал, металевий сплав) в єдиному технологічному циклі з використанням розроблених філаментів з композиційних сцинтиляційних та абсорбційних матеріалів і металевих сплавів. Розроблено методи визначення оптимального складу сцинтиляційних філаментів на основі розроблених композиційних матеріалів з ZnSe:Al, GOS:Pr, GAGG:Ce, CsI:Tl і ZnS:Ag в якості сцинтиляційних наповнювачів та PS і PMMA в якості термопластичного сполучного середовища.
2. На прикладах композиційних матеріалів на основі порошків ZnSe:Al, GOS:Pr, GAGG:Ce, CsI:Tl, ZnS:Ag досліджено вплив гранулометричного складу та концентрації гранул порошків неорганічних сцинтиляторів в композиційних філаментах на сцинтиляційні параметри зразків, створених за технологією FDM 3D-друку для реєстрації різних видів випромінювання (α -, β -, рентгенівське, нейтрони).
3. Показано, що евтектичний сплав Bi–Pb–Sn (52 %, 32 %, 16 %) дозволяє друкувати абсорбційні шари сумісно з полімерними та композиційними матеріалами на основі PS в єдиному технологічному циклі завдяки низькій температурі плавлення сплаву (98 °C) нижчій за температуру

склування PS. Добрі абсорбційні властивості надрукованих шарів забезпечуються високою густиною сплаву та малою радіаційною довжиною.

4. Одержано сцинтиляційний матеріал ZnS:Ag/карборан для реєстрації теплових нейтронів, що показав ефективність реєстрації, яка перевищує відомі аналоги. Показано, що при вмісті 14 мас.% карборану досягається максимум ефективності реєстрації в окремому шарі, що складає 49 %.
5. Визначено закономірності зв'язку між теплофізичними характеристиками матеріалів, режимами друку та функціональними і геометричними властивостями надрукованих багатошарових комбінованих сцинтиляційних елементів. Відпрацьовано метод визначення оптимального набору параметрів 3D друку і реалізовано друк нейтроночутливого комбінованого детектору. Єдиним параметром, що характеризує сукупність теплофізичних параметрів друку та обумовлює властивості надрукованих елементів є час, протягом якого температура шару, що друкується, перевищує температуру склування полістиролу.

5. Обґрунтованість і достовірність наукових положень, висновків і рекомендацій, які захищаються.

Обґрунтованість та достовірність наукових положень, результатів і висновків дисертації забезпечена тим, що вони одержані з використанням добре відомих і добре апробованих методів підготовки вихідних матеріалів, використанням розробленої в достатній мірі технології 3D друку та добре апробованими методами досліджень функціональних властивостей одержаних сцинтиляційних та проміжних матеріалів. Отримані результати мають чітку наочну інтерпретацію та узгоджуються із сучасними уявленнями фізики та матеріалознавства. Їх високий науковий рівень підтверджується тим, що вони оприлюднені в журналах, які застосовують ретельну перевірку коректності та наукового значення робіт, що подаються.

6. Рівень теоретичної підготовки здобувача, його особистий внесок у вирішення конкретного наукового завдання. Рівень обізнаності здобувача з результатами наукових досліджень інших учених.

Здобувач показав високий рівень теоретичної підготовки у напрямках синтезу вихідних матеріалів, методу 3D друку, фізики та матеріалознавства. Узагальнення одержаних даних, проведене здобувачем, дозволило встановити закономірності отримання нових композитних і комбінованих сцинтиляторів з високими функціональними характеристиками.

Здобувач показав високий рівень обізнаності з результатами наукових досліджень інших учених за темою дисертації.

7. Практичне значення роботи.

1. Розроблені нові склади філаментів можуть бути використані для створення сцинтиляційних елементів методом FDM 3D друку:
2. Сцинтилятори, надруковані розробленими композиційними філаментами, забезпечують сцинтиляційні параметри співставні з детекторами,

створеними традиційними методами. Метод є економічно доцільним завдяки практично безвідходному процесу та використанню у виробництві залишків виготовлення детекторів з монокристалів або порошків.

3. Сцинтиляційні елементи для реєстрації теплових нейтронів створені на основі нового сцинтиляційного матеріалу ZnS:Ag / продемонстрували ефективність реєстрації теплових нейтронів на рівні 85 %, що перевищує відомі аналоги. Сцинтиляційні елементи на основі $\text{ZnS:Ag/B}_2\text{O}_3$ для реєстрації теплових нейтронів мають ефективність 68 %, на рівні відомим аналогам.
4. Розроблені технологічні підходи можуть бути використані для 3D-друку різними матеріалами в єдиному циклі конструкційно складних сцинтиляторів, включаючи тонкі плівки, пошарові структури, у тому числі з інтегрованими абсорберами та світловодами, що дозволить підвищити ефективність виробництва завдяки автоматизації, швидкості та знизити трудомісткість процесів, притаманних традиційним методам створення детекторів.

За результатами розробок отримано патент України на корисну модель «Сцинтиляційний модуль гетерогенного детектору, отриманого 3D-друком» №158289 від 16.01.2025 та патент України на винахід «Сцинтиляційний елемент для реєстрації теплових нейтронів» № 130763 від 06.05.2026. Зареєстрована технологія синтезу ZnS:Ag (з додаванням конвертерів та без, державний реєстраційний номер: 0624U000112).

8. Використання результатів роботи.

Роботу було виконано відповідно до тематичних планів науково-дослідних робіт Інституту сцинтиляційних матеріалів НАН України в рамках держбюджетних тем «Розробка методів отримання композитних сцинтиляторів» (шифр: «Композит» 2017-2021 рр., номер держреєстрації № 0117U000988), «3D-друк детекторів частинок на основі пластикових сцинтиляторів» (шифр: «Філамент», грантова №IZURZ2_224819, 2024-2026 рр.), «Багатокомпонентні сцинтиляційні елементи для системи радіаційної безпеки АЕС» (шифр: «Елемент», № держреєстрації № 0123U100989) за договором № 4.9/23-П від 02.01.2023.

У виконанні вказаних науково-дослідницьких робіт здобувач брав участь як аспірант та виконавець (за сумісництвом).

Одержані результати можуть бути застосовані для створення економічно ефективного виробництва детекторів для фізики високих енергій, ядерної енергетики та радіаційної безпеки, медицини та біофізики, промисловості та неруйнівного контролю, системах радіаційного моніторингу та безпеки, тощо.

9. Повнота викладу матеріалів дисертації в публікаціях та особистий внесок здобувача в публікації.

За темою дисертації з викладенням основних її результатів опубліковано 13 наукових робіт, у тому числі 5 статей у міжнародних наукових виданнях, реферованих у наукометричній базі Scopus (1 з яких опубліковано у виданні, віднесеному до квартилю Q2 та 4 у виданнях, віднесених до квартилю Q4), 1

патент на винахід, 1 патент на корисну модель, 6 тез доповідей на міжнародних науково-технічних конференціях.

10. Дискусійні моменти та зауваження до дисертації

1. Стор.77: філамент запаковують в плівку і відкачують. Який матеріал плівки, його щільність, як запаюють. Яка стійкість упаковки.
2. Стор.152. В роботі Ви використовували звичайний природний бор, а не ^{10}B .
3. Чи спостерігали Ви утворення бульбашок повітря у пластиковому шарі. Чи залежить це від параметрів технологічного режиму (температура, швидкість нанесення тощо).
4. Чи визначали міру забруднення виробу домішками, що входять до складу сопла (латунь).

11. Відсутність порушень академічної доброчесності.

У представлений до захисту роботі Сібілева Миколи Львовича порушень академічної доброчесності немає.

12. Відповідність змісту дисертації спеціальності з відповідної галузі знань, з якої вона подається до захисту.

За своїм фаховим спрямуванням, науковою новизною і практичною значимістю дисертаційна робота Сібілева М.Л. відповідає спеціальності 132 – Матеріалознавство. Здобувачем повністю виконано освітню та наукову складову освітньо-наукового рівня вищої освіти.

13. Рекомендація дисертації до захисту.

Дисертаційна робота Сібілева Миколи Львовича «Отримання комбінованих сцинтиляційних елементів методом 3D-друку» відповідає 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.

Враховуючи високий рівень виконаних досліджень, а також актуальність теми роботи, наукову новизну результатів та їх наукове і практичне значення, рекомендую дисертацію Сібілева М.Л. «Отримання комбінованих сцинтиляційних елементів методом 3D-друку» до захисту в спеціалізованій ученій раді для здобуття ступеня доктора філософії за спеціальністю 132 – Матеріалознавство з галузі знань 13 – Механічна інженерія.

Рецензент

завідувач лабораторії синтезу
сцинтиляційних матеріалів Інституту
сцинтиляційних матеріалів НАН
України, д. х. н., проф.

Підпис

В. Чергинця засвідчую

Віктор ЧЕРГИНЕЦЬ

Учений секретар Інституту
сцинтиляційних матеріалів НАН
України
к.т.н., ст. досл.



Юрій Дацько