

## ОТЗЫВ

на автореферат диссертации АМОСОВОЙ АЛЕНА АНДРЕЕВНЫ  
«Рентгенофлуоресцентное определение элементов в донных отложениях для  
палеоэкологических исследований», представленной на соискание ученой степени  
кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Целью диссертационного исследования являлась разработка методических процедур рентгенофлуоресцентного определения содержаний основных породообразующих элементов (Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Ti, Mn, Fe) и некоторых микроэлементов (Ba, Sr, Zr) из навесок менее 500 мг в образцах озерных и торфяных отложений для палеоэкологических исследований.

При этом был решен ряд теоретических и методических задач, а именно:

- проведен выбор способов и условий подготовки проб с высоким содержанием органического вещества для рентгенофлуоресцентного анализа путем сплавления и прессования образцов, а также выполнено их метрологическое обоснование;
- исследованы возможности и оценены погрешности рентгенофлуоресцентного определения основных породообразующих элементов из прессованных порошковых образцов торфяных отложений с широкими вариациями содержания органического вещества;
- разработанный способ РФА для определения химического состава реальных образцов апробирован для торфяных и озерных отложений при реконструкции природных условий в Восточной Сибири.

Научная новизна исследований заключается в разработке способа рентгенофлуоресцентного определения основных породообразующих элементов из малых навесок (110 мг) образцов изверженных и осадочных горных пород, гомогенизированных сплавлением с метаборатом лития. Показано, что предлагаемый способ для широкого диапазона изверженных пород от ультраосновного до кислого состава и осадочных пород карбонатно-силикатного состава обеспечивает погрешность определения, сопоставимую с методикой РФА, оперирующей навеской 500 мг. Также разработан способ рентгенофлуоресцентного определения основных породообразующих элементов из прессованных порошковых образцов торфяных отложений массой 300 мг с широкими вариациями содержания органического вещества, достигающими 70 %. Получены теоретические и экспериментальные оценки влияния гранулометрического и минерального состава торфяных отложений на интенсивность рентгеновской флуоресценции. Показано, что истирание проб до достижения среднего размера частиц менее 20 мкм снижает погрешность результатов РФА торфяных отложений.

Достоверность полученных результатов подтверждена многочисленными экспериментальными данными, погрешности которых оценены по аттестованным стандартным образцам, сопоставлением с данными аттестованных методик анализа с применением методов математической статистики.

Практическая значимость работы заключается во внедрении разработанных методик РФА в аналитическую практику ИГХ СО РАН и использовании для анализа геохимических объектов ограниченной массы, в частности, при изучении кернов донных отложений и торфяных отложений ряда озер и пойм рек Восточной Сибири. Результаты определений в совокупности с данными других методов (палинологического анализа, радиоуглеродного анализа и др.) легли в основу палеоэкологических реконструкций условий окружающей среды Восточной Сибири.

По мнению рецензента, разработанная методика может быть рекомендована к аттестации в НСАМ.

Вместе с тем следует отметить следующие неточности и недостатки работы:

1) Стр.6. По тексту: «...Стандартные и анализируемые образцы предварительно прокаливали...».

В каком виде представлены анализируемые образцы (крупность порошков, предварительно высушены или хранились в естественных условиях)?

2) Стр.9. В таблице 2 допущена ошибка: допустимое среднеквадратичное отклонение  $\sigma_{\text{д.р}}(\Delta)$  результатов анализа MgO для диапазона концентраций 40.0-49.9 % имеет значение 1.7 ( по тексту приведено 1.0).

3) Стр.14. По тексту: «...описана подготовка порошковых проб массой 300 мг...». Из текста не ясно, это навеска исходной пробы или просушенной пробы?

4) Стр.17. По тексту: «...невозможность обеспечить контролируемое гранулометрическое распределение частиц порошков анализируемых образцов может приводить к значительным погрешностям определения основных порообразующих элементов при анализе образцов торфяных отложений.. ».

Гранулометрическое распределение частиц порошков, анализируемых торфяных образцов также может нарушаться при пересыпании сухой пробы из ступки в прессформу. Возможно, надо было смочить порошок, перенести в прессформу и спрессованную таблетку подсушить.

Указанные замечания не носят принципиального характера и не затрагивают существа основных положений, выносимых на защиту. Цель работы достигнута, а поставленные задачи решены.

По результатам диссертационной работы имеется 22 публикации, в том числе, статьи в журналах, индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus, статьи в журнале, рекомендуемом ВАК, статьи в журнале, индексируемом в базе РИНЦ; тезисы докладов на международных и российских конференциях.

Таким образом, считаю, что диссертация А.А. Амосовой «Рентгенофлуоресцентное определение элементов в донных отложениях для палеоэкологических исследований», представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – «Аналитическая химия», удовлетворяет требованиям, предъявляемым к искомой ученой степени кандидата химических наук, а ее автор, А.А. Амосова, заслуживает присуждения искомой ученой степени.

Ф.И.О.: Ляпунов Сергей Михайлович

Степень: кандидат геолого-минералогических наук

Должность: заведующий лабораторией

Подразделение: лаборатория химико-аналитических исследований

Организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Геологический институт Российской академии наук.

Адрес организации: 119017, Москва, Пыжевский пер.7, корп.1

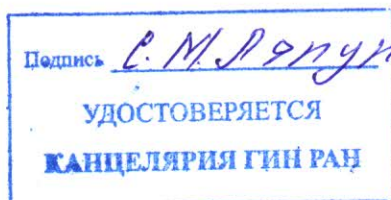
Интернет сайт организации:

e-mail автора отзыва: [Lyapunov.48@mail.ru](mailto:Lyapunov.48@mail.ru)

Телефон автора отзыва: +79032430772

Я, Ляпунов Сергей Михайлович, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

« 09 » Июля «2019 г.



*[Handwritten signature]*

*Зав. лабораторией:*

*09.12.2019*

*И.В. Топольчик*