



пород и используемой рентгеноспектральной аппаратуры; на основании литературных данных описана стандартная процедура подготовки проб к РФА и по результатам проведённых в работе исследований выбран оптимальный способ подготовки проб для определения основных породообразующих элементов из малых навесок в изверженных горных породах. Выполненные метрологические оценки показали, что результаты РФА для разработанных способов исследования как изверженных, так и осадочных горных пород, соответствуют III категории точности количественного химического анализа.

**В третьей главе** изложены результаты исследований по разработке способа рентгенофлуоресцентного определения основных породообразующих элементов в порошковых пробах торфяных отложений. Представляют интерес теоретические оценки влияния минерального и гранулометрического составов на интенсивность рентгеновской флуоресценции аналитических линий в образцах торфяных отложений. Получено, что в областях средних размеров частиц 10-60 мкм интенсивность аналитической линии Si изменяется в типичных для этих отложений минералах на 13-17 %, для линии Ca от 2 % до 8 %. В области размеров частиц более 50 мкм интенсивность флуоресценции Mg и Si практически не изменяется. В то же время для аналитических линий K, Ca и Fe изменение интенсивности флуоресценции в области размеров частиц более 50 мкм составляет 3-15 %. Таким образом, измельчение не позволяет ослабить влияние гранулометрического состава одновременно для всех петрогенных элементов. Приведенные оценки показали, что при неконтролируемом размере частиц порошковых проб погрешность может в несколько раз превышать погрешность анализа гомогенизированных образцов. Проведённые в дальнейшем с помощью дисперсионного анализа экспериментальные оценки влияния гранулометрического состава на погрешность определения содержания элементов убедительно показали как преимущества гомогенизации торфяных образцов сплавлением по сравнению с прессованием таблеток, так и необходимость его применения для большинства петрогенных элементов. Правда, диссертант мимоходом отмечает, что при сплавлении S, Cl, F, As и некоторые другие элементы могут частично или полностью улетучиваться.

**Четвёртая глава** посвящена применению разработанного способа для определения состава реальных образцов торфяных и озерных отложений. Для тестирования выбраны образцы торфяных отложений поймы реки Сенцы (юго-восточная часть Восточного Саяна) и донных отложений озера Баунт (северо-восток Республики Бурятия). Полученные данные стали основой для реконструкции региональных палеоэкологических изменений.

**В выводах** сформулированы основные результаты, полученные в ходе выполнения работы.

**Научная новизна.** В рамках выполненных исследований разработаны способы рентгенофлуоресцентного определения основных породообразующих элементов из малых навесок (110 мг) образцов изверженных и осадочных горных пород, а также торфяных и озерных отложений, гомогенизированных сплавлением с метаборатом лития. Разработан способ рентгенофлуоресцентного определения основных породообразующих элементов

из прессованных порошковых образцов торфяных отложений массой 300 мг с широкими вариациями содержания органического вещества (до 70 %).

Получены теоретические и экспериментальные оценки влияния гранулометрического и минерального состава торфяных отложений на интенсивность рентгеновской флуоресценции. На основании данных РФА озерных и торфяных отложений проведены первые реконструкции процессов химического выветривания в пойме реки Сенцы и Баунтовской впадине (Восточная Сибирь) с высоким временным разрешением приблизительно 100 лет.

**Практическая значимость.** Разработанные способы РФА применены для изучения кернов отложений озёр Каскадное, Баунт, Арахлей, Шас-Нур и торфяных отложений пойм рек Енгарги и Сенцы (Восточная Сибирь), внедрены в аналитическую практику ИГХ СО РАН и используются для анализа других геохимических объектов ограниченной массы.

**Достоверность полученных результатов.** Достоверность полученных теоретических и экспериментальных результатов и сделанных на их основе выводов обеспечивается комплексным использованием набора современного оборудования (рентгенофлуоресцентный спектрометр TIGER, электропечь TheOX, лазерный анализатор размеров частиц Analysette 22) и стандартных образцов горных пород, разработанных ИГХ СО РАН, НИИ прикладной физики при ИГУ, Геологическими службами Японии и США и Центральной геологической лабораторией Монголии. Точность полученных с помощью РФА данных проверена сопоставлением с результатами анализа методами атомной абсорбции, спектрофотометрии и атомно-эмиссионной пламенной фотометрии, результаты которых согласуются между собой.

#### **Замечания по работе.**

В работе необходимо отметить следующие недостатки:

1. В диссертации нет чёткой формулировки требований к разрабатываемой методике и способам анализа (обычно они излагаются в конце первой главы или же в первой части 2-ой главы).
2. На стр. 18, 1 абзац указывается: “Предел обнаружения составил для К - 2.5, Са - 1.5, Тi - 0.9, Сг - 0.7 и Мп - 0.5 ppm при экспозиции 300 с.” Это не так. Авторы [36] использовали экспозицию 600 с.

На этой же странице (2 абзац) информация: “Авторы работы, применив портативный анализатор для определения содержаний As, Fe, Mn и Zn в пойменных почвах, отмечают, что он...” не указано о какой работе идёт речь.

3. На стр. 23, 2 абзац отмечается использование РФА-СИ для донных отложений при палеоклиматических реконструкциях [81-91]. Однако в работах [88, 89] рассмотрены вопросы применения РФА-СИ для биологических материалов.

4. На стр. 29-30 при обсуждении рис. 2 автор делает следующий вывод: «Как видно из Рисунка 2, для большинства  $K\alpha$ -линий петрогенных элементов, выбранных в качестве аналитических, спектральные наложения практически отсутствуют.» Однако, если бы на этом рисунке были бы показаны положения линий некоторых элементов во 2-ом и более высоких порядках, то можно было бы заметить наложение (близость) линий  $PbL_{\beta 1 II}$  и  $FeK_{\alpha}$ ,  $BrK_{\alpha 1,2 II}$  и  $MnK_{\alpha}$ ,  $AsK_{\beta 1 II}$  и  $MnK_{\alpha}$ ,  $CaK_{\beta 1 II}$  и  $PK_{\alpha}$  и т.д.

5. На стр. 51 читаем: «Для большинства образцов керн после пробоподготовки масса оставшегося материала была недостаточна для проведения количественного химического анализа, поэтому близкие по составу пробы объединяли.» - как оценивалась близость проб по составу до проведения анализа?

6. На стр. 74 сообщается, что точность полученных с помощью РФА данных проверяли сопоставлением с результатами анализа методами атомной абсорбции, спектрофотометрии и атомно-эмиссионной пламенной фотометрии. Было бы желательно конкретизировать, каким из методов определяли содержания отдельных элементов.

Отмеченные недостатки не изменяют общей положительной оценки работы. Теоретическая и экспериментальная подготовка автора, судя по представленным текстам автореферата и диссертации, находятся на высоком уровне.

Текст автореферата соответствует содержанию диссертации. Работа прошла апробацию на 12 Российских и международных конференциях. По результатам работы опубликовано 2 статьи в рецензируемых журналах, рекомендуемых ВАК, 3 статьи в журналах, индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus.

**Заключение.** Рассмотренная диссертационная работа Алены Андреевны 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 – представляет собой законченное научное исследование, содержит новые научно-обоснованные решения и разработки для развития рентгенофлуоресцентного метода анализа торфяных и озерных отложений. Работа полностью соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным в пп. 9-11, 13-14 "Положения о присуждении учёных степеней", утверждённого постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, и является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение задачи, имеющей значение для развития методов рентгенофлуоресцентного анализа горных пород, а её автор А.А. Амосова заслуживает присуждения степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Г.н.с. ЦКП «Геодинамика и геохронология»  
ИЗК СО РАН, д.т.н., с.н.с.  
18.11.2019

А.Г. Ревенко

Отзыв на диссертацию рассмотрен и одобрен на семинаре Центра коллективного пользования «Геодинамика и геохронология» ИЗК СО РАН (№ 3 от 18.11.2019 г.) и на заседании Учёного совета ИЗК СО РАН, протокол № 9 от 19.11.2019 г.

*Сведения о ведущей организации*

Официальное наименование (сокращённое): Федеральное Государственное Бюджетное Учреждение Науки Институт земной коры Сибирского отделения Российской академии наук (ИЗК СО РАН)

Юридический и почтовый адрес: 664033, г. Иркутск, ул. Лермонтова, 128  
Телефон: (3952) 426900, E-mail: [drf@crust.irk.ru](mailto:drf@crust.irk.ru)

Подпись Ревенко А.Г. заверяю,  
Начальник ОК ИЗК СО РАН



Плюснина Л.В.

**МИНОБРНАУКИ РОССИИ**

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ  
БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ  
ИНСТИТУТ ЗЕМНОЙ КОРЫ  
СИБИРСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ  
АКАДЕМИИ НАУК  
(ИЗК СО РАН)**

Лермонтова ул., д. 128, Иркутск-33, 664033  
для телеграмм: Иркутск-33 "Академгеология"  
Тел/факс(3952) 42-70-00 E-mail: [log@crust.irk.ru](mailto:log@crust.irk.ru)  
ОКПО 03533754; ОГРН 1023801757320;  
ИНН/КПП 3812011756/381201001

22.11.2019 № 15353 - 18/05-15

На № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

Председателю совета Д 002.109.01  
на базе Федерального  
государственного бюджетного  
учреждения науки Ордена Ленина и  
Ордена Октябрьской Революции  
Института геохимии и аналитической  
химии им. В.И. Вернадского  
Российской академии наук (ГЕОХИ  
РАН)

академику Мясоедову Б.Ф.

Глубокоуважаемый Борис Федорович!

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт земной коры Сибирского отделения Российской академии наук (ИЗК СО РАН) выражает согласие выступить в качестве ведущей организации по диссертационной работе Амосовой Алены Андреевны на тему «Рентгенофлуоресцентное определение элементов в донных отложениях для палеоэкологических исследований» на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – «Аналитическая химия» и направляет официальный отзыв и сведения об организации.

Приложение: отзыв ведущей организации на 4 л. в 2 экз.

сведения об организации на 2 л. в 1 экз.

Директор ИЗК СО РАН,  
чл.-корр. РАН



Д.П. Гладкочуб