

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Амосовой Алены 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

Определение элементного состава озерных и морских отложений, информация о котором позволяет исследовать изменения природной среды и климата прошлого, часто проводят с помощью рентгенофлуоресцентного анализа (РФА). Озерные отложения и торфяники болот являются природными архивами, которые можно использовать для реконструкции природных условий за длительное время. Интерес представляют изменения содержаний основных породообразующих элементов в озерных и торфяных отложениях. Метод РФА обладает преимуществом в производительности по сравнению с другими спектроскопическими методами анализа. Однако правильность определения элементов остается предметом изучения при разработке методик анализа реальных объектов. Для рентгенофлуоресцентного определения основных породообразующих элементов обычно используют сравнительно большие навески пробы 500 мг и более, что затрудняет применение метода в случаях, когда масса материала для анализа ограничена, в частности, при исследованиях кернов озерных и торфяных отложений. Уменьшение величины шага опробования керна позволяет повысить временное разрешение климатических записей до нескольких десятилетий. Поэтому представляется актуальной разработка методик рентгенофлуоресцентного определения породообразующих элементов из навесок менее 500 мг.

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка сокращений, изложенных на 142 страницах машинописного текста, содержит 28 таблиц, 24 рисунка, 10 приложений и список литературы, насчитывающий 166 наименований.

Во **введении** обоснована актуальность темы, сформулированы цель и задачи диссертационной работы, приведены положения, выносимые на защиту, научная новизна и практическая значимость.

**В первой главе** представлен литературный обзор, посвященный способам определения элементов в донных отложениях с помощью рентгенофлуоресцентного анализа с волновой дисперсией (РФА ВД). Показано, что гомогенизация сплавлением с флюсом позволяет минимизировать или устранить влияние эффектов, обусловленных гранулометрическим и минеральным составом, на аналитический сигнал. Однако возможность применения метода РФА ВД с гомогенизацией сплавлением для анализа озерных и торфяных отложений остается недостаточно изученной. Поиск компромисса между точностью определения и производительностью РФА ВД порошковых и гомогенизированных проб при исследовании кернов донных отложений является весьма актуальным.

**Во второй главе** описаны способы рентгенофлуоресцентного определения основных породообразующих элементов из малых навесок в изверженных и осадочных горных породах с гомогенизацией образцов сплавлением с боратными флюсами. Приведены характеристики исследуемых горных пород, описана подготовка проб к РФА, выбраны условия возбуждения и измерения аналитических линий. Представлены результаты исследований по выбору оптимального способа подготовки проб к РФА. Подробно изучены причины возникновения случайных и систематических погрешностей анализа изверженных горных пород с использованием выбранного способа гомогенизации. Исследованы возможности применения новых процедур подготовки проб для анализа осадочных горных пород.

**В третьей главе** разработан способ рентгенофлуоресцентного определения основных породообразующих элементов в порошковых пробах торфяных отложений. Описана подготовка порошковых проб массой 300 мг. Представлены теоретические и экспериментальные оценки влияния минерального и гранулометрического составов на интенсивность рентгеновской флуоресценции в образцах торфяных отложений. Построены градуировочные функции с использованием стандартных образцов порошковых проб осадочных горных пород. Проведена оценка правильности определения основных породообразующих элементов с использованием 15 проб торфяных отложений поймы реки Сенцы.

**В четвертой главе** проведена апробация способа РФА для определения состава реальных образцов торфяных и озерных отложений. Исследуемые



объекты представляют интерес, так как расположены в высокогорных районах Восточной Сибири, где отсутствуют источники постоянного антропогенного воздействия и преобладают ненарушенные экосистемы. Комплексные исследования отложений из подобных районов позволяют понять ключевые показатели естественной изменчивости климата и природной среды, оценить скорости климатических изменений и получить данные для палеоэкологических реконструкций. Описано применение разработанного способа для разреза торфяных отложений поймы реки Сенцы. Продемонстрирована возможность применения разработанного способа РФА для анализа донных отложений озера Баунт.

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

**Актуальность** работы обусловлена необходимостью развития рентгенофлуоресцентного метода для определения элементного состава донных отложений для палеоэкологических исследований. Представляется актуальной разработка методик рентгенофлуоресцентного определения порообразующих элементов из навесок менее 500 мг. Особую актуальность приобретает применение метода РФА для определения порообразующих элементов в торфяных отложениях, содержащих в отдельных случаях более 70 % органического вещества и плохо поддающихся гомогенизации сплавлением, обычно используемой при анализе горных пород.

**Научная новизна** состоит в разработке способов рентгенофлуоресцентного определения основных порообразующих элементов из малых навесок (110 мг) образцов изверженных и осадочных горных пород, гомогенизированных сплавлением с метаборатом лития и из прессованных порошковых образцов торфяных отложений массой 300 мг. Получены теоретические и экспериментальные оценки влияния гранулометрического и минерального состава торфяных отложений на интенсивность рентгеновской флуоресценции.

**Практическая значимость** заключается в изучении кернов озер и торфяных отложений пойм рек Восточной Сибири и применении полученных результатов в палеоэкологических исследованиях. 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 диссертационной работе имеются следующие замечания.

1. Рис. 2 диссертации (рис. 1 автореферата) имеет необычные масштабы по осям. Они и не линейные и не логарифмические. Чем обусловлен выбор таких масштабов?
2. В работе показано, что для РФА торфяных отложений могут быть использованы прессованные порошковые пробы, полученные истиранием в планетарной мельнице. Была ли исследована возможность загрязнения пробы материалом размольной чаши? Может ли это загрязнение повлиять на результаты определения элементного состава или результаты палеоэкологических исследований?
3. Некоторые рисунки в диссертации (14, 15, 19, 21, 23) имеют подписи на английском языке, а должны быть выполнены на русском языке.
4. На рис. 20 диссертации первые 40 см керна торфяных отложений имеют временную шкалу около 25 лет/см, а на большей глубине временная шкала "сжимается" до 180 лет/см. С чем связана такая неравномерность?

Сделанные замечания не снижают научной и практической значимости диссертации и не влияют на общую положительную оценку работы.

Автореферат диссертации и опубликованные работы в достаточной мере отражают содержание диссертационной работы и раскрывают ее основные положения.

По своей актуальности, уровню поставленных и решенных задач, объему и качеству экспериментальных данных, научной новизне и практической значимости полученных научных результатов диссертационная работа Амосовой А.А. полностью соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным в пп. 9-11, 13-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842 (с последующими изменениями и дополнениями), и является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение задачи, имеющей



значение для развития рентгенофлуоресцентного анализа донных отложений, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Алов Николай Викторович

кандидат физико-математических наук (специальность 02.00.04 – физическая химия)  
доцент (специальность 02.00.02 – аналитическая химия)  
ведущий научный сотрудник

кафедра аналитической химии Химического факультета МГУ  
Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова  
119991 Москва, ГСП-1, Ленинские горы, 1  
www.msu.ru  
n\_alov@mail.ru  
8-9163858167

Я, Алов Николай Викторович, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

21 ноября 2019 г.

*Н. Алов*



### Сведения об официальном оппоненте

диссертационной работы Амосовой Алены Андреевны  
«Рентгенофлуоресцентное определение элементов в донных отложениях для  
палеоэкологических исследований» на соискание ученой степени кандидата  
химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

Ф.И.О.	Алов Николай Викторович
Ученая степень, включая отрасль наук и номер специальности, по которой защищена докторская (кандидатская) диссертация, ученое (академическое) звание	кандидат физико-математических наук (специальность 02.00.04 – физическая химия) доцент (специальность 02.00.02 – аналитическая химия)
Полное наименование места работы, адрес и телефон места работы, структурное подразделение и должность	Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова 119991 Москва, ГСП-1, Ленинские горы, 1 8-9163858167 кафедра аналитической химии Химического факультета МГУ ведущий научный сотрудник
Email	n_alov@mail.ru
Список публикаций в соответствующей сфере исследований за последние 5 лет в рецензируемых журналах (не более 15)	1. Алов Н. В., Шаранов П. Ю. Новые способы пробоподготовки угольных материалов для рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением // <i>Вестник Московского университета. Серия 2: Химия</i> . 2015. Т. 56, № 2. С. 59–64. 2. Алов Н. В., Шаранов П. Ю. Совместное определение элементного состава и зольности угольных материалов методом рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением // <i>Журнал аналитической химии</i> . 2015. Т. 70, № 12. С. 1288–1296. 3. Шаранов П. Ю., Алов Н. В., Золотов Ю. А. Неводные суспензии в твердотельном рентгенофлуоресцентном анализе с полным внешним отражением // <i>Доклады Академии наук. Химия</i> . 2016. Т. 467, № 3. С. 308–310. 4. Alov N. V., Sharanov P. Y. Elemental analysis of copper-zinc ores by total

	<p>reflection x-ray fluorescence using nonaqueous suspensions // <i>Analytical Letters</i>. 2018. V. 51, N 11. P. 1789–1795.</p> <p>5. Шаранов П. Ю., Алов Н. В. Рентгенофлуоресцентный анализ с полным внешним отражением твердотельных объектов металлургической промышленности // <i>Журнал аналитической химии</i>. 2018. Т. 73, № 11. С. 868–876.</p> <p><i>Sharanov P. Y., Volkov D. S., Alov N. V.</i> Quantification of elements in copper–zinc ores at micro- and macro-levels by total reflection x-ray fluorescence and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry // <i>Analytical Methods</i>. 2019. N. 11. P. 3750–3756.</p>
--	---