

«Утверждаю»



директор Федерального государственного
бюджетного учреждения науки
Института геохимии им. А.П. Виноградова
Сибирского отделения
Российской академии наук

В.С. Шацкий

« ____ » апреля 2015 г.

Отзыв ведущей организации

на диссертационную работу Сидориной Анны Владимировны «Оптимизация методики определения элементного состава биологических объектов методом РФА-СИ», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия

В последние два десятилетия наблюдается существенный прогресс в области генерирования и приложений рентгеновского синхротронного излучения, стимулируемый потребностью фундаментальных и прикладных исследований. В частности изучение состава и свойств вещества с помощью анализа рентгеновского спектра, возбужденного рентгеновским синхротронным излучением (РФА СИ), благодаря высокой светосиле источника открывает возможности, практически недоступные на аппаратуре, использующей для возбуждения спектров рентгеновские трубки. Высокая яркость и поляризация излучения источника СИ позволяют получить достаточно интенсивное монохроматическое первичное излучение, обеспечивают высокую контрастность флуоресцентного спектра и открывают возможность анализировать малые количества вещества без его деструкции. Эти обстоятельства предопределили использование СИ для определения содержания микро- и следовых элементов в биологических материалах, доступная для отбора масса которых крайне невелика. Информация об элементном составе биологических тканей важна для понимания физиологической роли ферментов и гормонов в процессах, происходящих в живых организмах, которая до сих пор не достаточно изучена.

На этапе реализации методик РФА СИ биологических материалов возникает ряд трудностей обусловленных как особенностями СИ, так и особенностью самих биологических тканей. В связи с этим поставленная цель диссертационной работы, заключающаяся в оптимизации методик определения элементного состава образцов растительного и животного происхождения, обеспечивающей необходимую точность количественных определений, несомненно, является актуальной.

Диссертационная работа составляет 147 страниц и состоит из введения, литературного обзора, экспериментальной части, обсуждения результатов, выводов, списка цитируемой литературы и приложения, содержащего рисунки и таблицы.

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы цели и основные задачи, изложена научная новизна и практическая значимость исследований.

Сформулированы защищаемые положения работы.

В первой главе приведен обзор литературы, относящейся к области исследований автора диссертации, отражающей состояние проблем в области представленных в работе исследований. Приведены литературные данные, относящиеся к объектам исследования, дан анализ преимуществ и ограничений и обозначены тенденции развития современных методов определения элементов в биологических субстанциях, отмечены преимущества

РФА СИ при определении элементов в таких объектах. Из обзора логично следует постановка цели и формулировка основных задач исследования.

В качестве замечания к первой главе можно отметить, что обзорная глава смотрится излишне объемной для обоснования актуальности и цели исследования. Можно отметить также некоторые погрешности стиля – «....излучения стандартного и анализируемого элемента», «.....негативного влияния матрицы». Что означает «стандартный элемент»? Правильнее – определяемый элемент. Влияние матрицы вряд ли можно определить как «негативное» или позитивное.

Во второй главе приведено подробное описание деталей экспериментальной части работы, необходимых для обоснования защищаемых положений диссертации. Внимание уделено подготовке проб биологических материалов для измерения, устройству экспериментальной станции РФА СИ, процедурам измерения спектров рентгеновской флуоресценции и массовых коэффициентов ослабления.

Глава третья посвящена разработке методических процедур анализа биологических тканей с помощью РФА СИ. Следует отметить исследования автора, касающиеся выбора способа нормировки спектров для учета дрейфа тока накопительного кольца и измерение коэффициентов ослабления. Это составляющие пункты научной новизны работы, положенные в основу методики коррекции аналитического сигнала. Оптимизация методики также включала выбор условий подготовки образцов биологических тканей при фиксации раствором формалина. Для повышения точности количественного анализа автором работы предложено и обосновано решение – нормировка спектра рентгеновской флуоресценции на площадь комптоновского пика рассеяния первичного излучения. Автором работы продемонстрирована возможность повышения точности определения содержания с поправкой на различие массовых коэффициентов ослабления пробы и образцов сравнения, с различным составом матрицы.

В качестве замечаний к третьей главе можно отметить следующее.

В табл. 4, 5, 6 приведено стандартное отклонение измеренных коэффициентов ослабления (SD). Неясно как рассчитывалось значение SD, сколько степеней свободы или измерений. Приведенная формула (11) для расчета погрешности не содержит обозначение SD. При сопоставлении измеренных и рассчитанных коэффициентов ослабления (рис.8 и 9) приведен не полный модельный состав пробы, а только состав органической матрицы почвы и печени (сумма содержаний элементов меньше 100%). Поэтому трудно судить о различии расчетных и экспериментальных данных на рис. 8 и 9. Вывод в конце раздела 3.4 о целесообразности заморозки образцов не подкреплён экспериментальными данными.

Четвертая глава работы посвящена примерам практических приложений разработанных подходов к определению содержания микроэлементов в конкретных объектах растительного и животного происхождения. Продемонстрировано применение РФА СИ для установления корреляций между содержаниями элементов в образцах печени и легких подопытных животных. Установлено различие содержания некоторых элементов в растениях, отобранных из сравнительно чистых и промышленных зон.

Упомянутые выше замечания не являются принципиальными и не влияют на общее благоприятное впечатление от работы. Диссертационная работа представляет собой законченное исследование и свидетельствует о достаточно высокой квалификации автора. Личный вклад автора, по-видимому, доминирующий на всех этапах работы.

Достоверность и обоснованность полученных результатов и защищаемых положений обеспечивается использованием современной аппаратуры, методов измерения и обработки данных, сравнением с результатами анализа международных стандартных образцов состава биологических материалов.

Результаты исследований апробированы на международных и российских конференциях, опубликованы в рецензируемых отечественных изданиях из Перечня ВАК и зарубежных журналах.

Содержание автореферата соответствует содержанию диссертационной работы.

Выполненные автором диссертации исследования, несомненно, вносят значимый вклад в развитие методов аналитической химии. Диссертационная работа соответствует паспорту специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

В целом представленная работа удовлетворяет требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Сидорина А. В. заслуживает присуждения степени кандидата химических наук.

Отзыв рассмотрен и рекомендован к утверждению на семинаре лаборатории спектральных методов анализа Института геохимии СО РАН.

Зав. лабораторией спектральных методов анализа
Института геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН,
доктор технических наук

А.Л. Финкельштейн