

ОТЗЫВ

члена диссертационного совета Булатова Андрея Васильевича на диссертацию Сораиа Аиден на тему: «Определение легких элементов и коррекция матричных эффектов в рентгенофлуоресцентном анализе на основе хемометрических подходов», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия

Диссертационное исследование Сораиа Аиден посвящено созданию новых подходов к обработке экспериментальных данных в рентгенофлуоресцентном анализе. Этот метод давно вошел в рутинную аналитическую практику и активно применяется для неразрушающего элементного анализа в самых разнообразных областях: геологии, материаловедении, экологических и медицинских исследованиях. Не смотря на широкое применение рентгенофлуоресцентного анализа в химико-аналитической практике, у этого инструментального метода существует ряд ограничений, которые препятствуют его дальнейшего развития. Наиболее существенным из них является наличие так называемых матричных эффектов, связанных с тем, что все присутствующие в пробе элементы, так или иначе, вносят свой вклад в регистрируемый спектр, что зачастую отрицательно сказывается на точность и правильность определения целевого аналита. Еще одной проблемой является то, что подавляющее большинство серийно выпускаемых приборов для рентгенофлуоресцентного анализа подходят только для определения элементов, расположенных в периодической системе после натрия – это существенно сужает круг аналитических приложений. Решению именно этих проблем и посвящена диссертационная работа С. Аиден, что и определяет актуальность данного исследования.

Научная новизна диссертации не вызывает сомнений. Не смотря на то, что число исследований с применением хемометрических подходов в области атомной спектроскопии и, в частности, рентгенофлуоресцентного анализа стабильно растет в последние годы, потенциал этих методов в обработке экспериментальных данных,

очевидно, раскрыт еще далеко не полностью. Автором впервые предложены оригинальные подходы к коррекции матричных эффектов и к определению легких элементов с помощью серийно выпускаемых приборов – это особенно важно, поскольку большинство последних нововведений в области рентгенофлуоресцентного анализа было связано, в основном, с усложнением приборного обеспечения и методик анализа. Большое преимущество предлагаемых в диссертации подходов заключается как раз в том, что они все связаны исключительно со способами обработки данных, а необходимость внесения изменений в конструкцию приборов и в методику выполнения измерений при этом отсутствует. Это обуславливает практическую значимость работы и довольно широкие, на мой взгляд, перспективы реального практического внедрения предложенных подходов.

Текст диссертационного исследования имеет вполне традиционную структуру. Достаточно подробно описаны физико-химические основы метода рентгенофлуоресцентного анализа, приведены его достоинства и недостатки, обсуждены работы других исследователей, посвященные применению методов хемометрики для обработки рентгеновских спектров. С исчерпывающей детализацией изложена экспериментальная часть работы, подробно описаны все детали проведенных исследований, а также изложены математические основы применяемых методов обработки данных. Разбивка материала по главам выполнена логичным образом и, в целом, диссертационная работа довольно легко читается.

Отдельно хочется отметить высокий уровень апробации результатов работы – по материалам исследования опубликованы статьи в ведущих международных изданиях, посвященных современным проблемам атомной спектроскопии и аналитической химии. Кроме того, результаты были представлены на различных конференциях.

После ознакомления с текстом диссертации возникли некоторые вопросы и замечания.

1. В работе были использованы не вполне традиционные показатели точности. Вместо широко распространенных и привычных для аналитиков характеристик погрешностей в диссертации применяются среднеквадратичные отклонения прогнозирования. Не вполне понятно, как связаны эти показатели с погрешностями.

2. При определении легких элементов в полимерах автор совершенно игнорирует вопрос о наличии в этих пробах условно тяжелых элементов (в составе красителей и различных присадок). Остается неясным, можно ли на основе предлагаемой автором методики с использованием рассеянного излучения определять тяжелые элементы. Несмотря на наличие в спектре их характеристических линий дополнительное использование области спектра с рассеянием могло бы, возможно, увеличить точность определения тяжелых элементов в таких пробах.

3. В работе не обсуждаются в явном виде ограничения предложенных подходов и конкретная область их применимости, в первую очередь это касается рассматриваемого способа определения легких элементов. Насколько универсален, по мнению автора, предлагаемый метод анализа? Возможно ли его применение, например, для анализа биологических проб?

4. На мой взгляд, выбор конкретных хемометрических алгоритмов для коррекции матричных эффектов должен быть тесно увязан с природой этих эффектов. Так, для увеличения точности анализа в случае простого перекрытия характеристических линий будут работать одни методы, в то время как для случая «пересвечивания» излучения матричными элементами должны быть эффективны совсем другие. Не смотря на то, что в работе предпринята попытка обсуждения этих особенностей, каких-то обобщений автором, к сожалению, не сделано.

5. В диссертации не указано, какое количество параллельных измерений выполнялось при определении элементов в объектах анализа, например, для полученных результатов, представленных таблице 3.2.

Данные замечания, впрочем, носят дискуссионный характер и не снижают общего положительного впечатления от работы.

Диссертация Сорайи Аиден «Определение легких элементов и коррекция матричных эффектов в рентгенофлуоресцентном анализе на основе хемометрических подходов» соответствует основным требованиям, установленным Приказом от 19.11.2021 № 11181/1 «О порядке присуждения ученых степеней в Санкт-Петербургском государственном университете», соискатель Аиден Сораиа

заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2. Аналитическая химия. Нарушения пунктов 9 и 11 указанного Порядка в диссертации не обнаружены.

Член диссертационного совета

Доктор химических наук, профессор РАН,

Профессор Института химии СПбГУ



Булатов А.В.

08.07.2022