

РЕЦЕНЗИЯ

върху дисертационен труд за придобиване на образователната и научна степен “доктор“ по научната специалност 4.4. Науки за земята (Минералогия и Кристалография)

Автор на дисертационния труд: Ева Николаева Анастасова

Тема: „Електронномикроскопско изследване на REE-Th-U-съдържащи акцесорни минерали и продукти от тяхната промяна в скалите на Игралищенския гранитен плутон (Югозападна България)“

Рецензент: доц. д-р Росица Титоренкова - ИМК-БАН

Ева Николаева Анастасова е зачислена като редовен докторант в ИМК-БАН на 1. 1. 2013 г. с тема „Електронномикроскопско изследване на REE-Th-U-съдържащи акцесорни минерали и продукти от тяхната промяна в скалите на Игралищенския гранитен плутон (Югозападна България)“ и научен ръководител доц. д-р М. Тарасов. След изтичане на срока е отчислена с право на защита на 17.12.2015 г. и назначена като асистент в направление „Минералогия и минерални ресурси“ на ИМК. Асистент Ева Анастасова е сътрудник в лабораторията по електронна микроскопия в ИМК. Като млад учен е ръководител на един текущ и един приключил проект, финансирани от БАН по "Програма за подпомагане на младите учени". Член е на Българското Геоложко дружество, от което има присъдена грамота за изнесен доклад на националната конференция "Геонауки 2013".

Дисертационният труд „Електронномикроскопско изследване на REE-Th-U-съдържащи акцесорни минерали и продукти от тяхната промяна в скалите от Игралищенския гранитен плутон (Югозападна България)“ съдържа 108 стр. и включва шест глави (1. Увод; 2. Литературен обзор; 3. Материал и методи; 4. Резултати и дискусия; 5. Заключение; 6. Приноси; 7. Литература. Списъкът с цитирана литература съдържа около 170 публикации. Трудът съдържа 5 таблици и 36 фигури.

1. Актуалност на разработвания в дисертационния труд проблем в научно и/или научно-приложно отношение.

Разработената дисертация е насочена предимно към изследване на акцесорните минерали циркон ($ZrSiO_4$) и монацит $(LREE)PO_4$ от Игралищенския гранитен плутон ($243 \pm 0,84$ Ma), внедрен в скалите от високометаморфния Огражденски блок на Сърбо-Македонския масив (ЮЗ България). Акцентът на изследванията е усвояване на различни техники и методики в прилагането на електронномикроскопски методи, с които да се

изучи стабилността на тези минерали, продуктите от тяхната промяна и процесите довели до измененията. Актуалността на разработвания проблем е в няколко направления: 1) Процесите на метамиктизация и възстановяване на кристалната структура в продължителната геоложка история на акцесорните минерали повлияват състоянието на изотопните системи, които служат за определяне на възрасти, както и разпределението на рядкоземните елементи, които служат за геохимични интерпретации; 2) Скалите на Игралищенския плутон са вметени във високометаморфните скали на Огражденския блок, които се интерпретират като стар коров фрагмент от Гондвана (Peutcheva et al., 2015). Загубата на радиационни дефекти за циркон от палеозойски метагранити в района е оценявана в предишни изследвания, проведени в ИМК, поради което изучаването на циркон от по-млади гранити, които не са претърпяли херцински метаморфизъм представлява принос в това направление; 3) Природният циркон, поради продължителен геоложки период на акумулиране на дефекти, служи като моделна система при изучаване на процесите на метамиктизация, условия на стабилност, дифузия, рекристализация и прекристализация във връзка с изучаване на нови материали за имобилизация на радиоактивни отпадъци; 4) Високите съдържания на радионуклиди в гранитите на Игралищенския плутон са потенциален рисков фактор, поради което изучаването на стабилността и моментното състояние на минералите, в които те се концентрират има екологична насоченост; 5) Методическата част на дисертацията е фокусирана върху усвояване на нови техники и методики за сканираща и за трансмисионна електронна микроскопия, методи без които е невъзможно съвременното изследване на микро- и наноразмерни минерали и синтетични материали.

2. Познание на състоянието на проблема и творческа оценка на литературния материал.

Първата част на литературния обзор е фокусирана върху систематизиране на информацията за структурата и кристалохимията на REE-Th-U- съдържащите акцесорни минерали с монацитов, цирконов и рабдофанов тип структура. Във втората част е направен кратък преглед на изследванията върху процеса на метамиктизация и методите за изследване, както и върху ефекта на хидротермално въздействие при метамиктни, неметамиктни циркони и при монацит. Отделно, при обсъждането на резултатите се прави преглед на литературните източници, интерпретации аналогични аналитични данни. Докторантката познава състоянието на проблема и е запозната с основната литература, което личи от цитираните заглавия (~170 бр.).

3. Избраната методика на изследване може ли да даде отговор на поставените цел и задачи на дисертационния труд?

Основната цел в дисертацията е изучаване на стабилността на REE-Th-U- съдържащите акцесорни минерали от гранити в Игралищенски плутон чрез прилагане на електронномикроскопски методи. Разграничаване на типове променителни продукти и интерпретирането на процесите е друга цел в дисертацията. Избраният комплекс от

методи съответства на поставените задачи и е много подходящ за нееднородни и малки по размер обекти. В първоначалният етап докторантката е участвала в теренни наблюдения и опробване на плутона за събиране на изходните скални проби, от които са сепарирани акцесорните минерали. Усвоени са основни техники за работа със сканиращ електронен микроскоп, които включват изображения в различни режими. Подбраните за изследване обекти са подходящи за тази задача, тъй като зоналното разпределението на редки и разсеяни елементи, уран и торий в процеса на кристализация води до образуване на т. нар. магматична осцилаторна зоналност, степента на запазеност на която се наблюдава в режими на катодолуминесценция и на обратно отразени електрони със СЕМ. Проведени са изследвания на циркон и монацит с дифракция на обратно отразени електрони.

Получените изображения са корелирани емпирично с концентрацията на уран и торий, акумулираната радиационна доза и степента на метамиктност, установена чрез Раманова спектроскопия. Концентрациите на елементите в отделните зони и области на единични кристали са определени чрез електронносондови анализи с енергодисперсионен и с вълноводисперсионен спектрометър, което позволява измерване на елементи с много ниски концентрации с голяма точност. Комплекът от използвани методи се допълва от прилагане на трансмисионна електронна микроскопия и получаване на микродифракции и образи с високо разделяне на циркон с различна концентрация на уран и торий.

4. Аналитична характеристика на представителността и достоверността на материала, върху който се градят приносите на дисертационния труд.

Образците, върху които са извършени изследванията са събрани при опробвания на Игралищенски плутон с участието на докторантката през 2014 г., а друга част са предоставени от по-ранните теренни наблюдения на колектив от ИМК. Детайлно са описани процедурите за пробоподготовка и условията на проведените експерименти, от което може да се направи извод за достоверност и представителност на материала върху който се градят изводите и приносите на дисертационния труд.

5. В какво се заключават научните и/или научно-приложните приноси на дисертационния труд:

В дисертацията са формулирани следните приноси: 1) Адаптиране на системата за вълново-дисперсионен анализ с т.нар. "паралелна геометрия" на сканиращия микроскоп ZEISS EVO25LS и разработване на методика за микроанализ на REE, Th, U, Y, Hf в циркон и монацит; 2) Разработване на протокол за получаване на въглеродно покритие за СЕМ с точно определена дебелина; 3) Оптимизиране на условията за дифракция на обратно отразени електрони (EBSD) за изследване на циркон в различни вакуумни режими; 4) Химични и структурни характеристики на циркон и монацит и тяхната промяна; 5) Установяване на вторичен монацит и рабдофан с отрицателна Се-аномалия; 6) Корелация с конкретни геоложки процеси.

По-голяма част от приносите за образователната и научна степен „доктор” са свързани с прилагането на електронномикроскопските методи и се отнесат към приноси с методична насоченост и приноси за получаването на нови факти.

6. До каква степен дисертационният труд и приносите са лично дело на кандидата?

Без съмнение дисертационният труд, изводите и приносите са дело на докторантката, която в хода на работата по дисертацията е усвоила основните техники в електронната микроскопия, както и по-рядко използвани като дифракция на обратноотразени електрони. Ролята на научния ръководител, като доказан специалист в областта на електронната микроскопия в планирането на дейностите, целенасоченото обучение и практическата лабораторна работа също е безспорна.

7. Преценка на публикациите по дисертационния труд: брой, характер на изданията, в които са отпечатани, цитирания.

Резултати от изследванията, включени в дисертацията са представени в пет публикации, от които една в списание с импакт фактор (Доклади на БАН), три кратки съобщения на националната конференция "Геонауки" и едно разширено резюме от конгрес на Карпато-Балканската геоложка асоциация. Забелязан е един цитат.

Препоръчвам в бъдеще участие в тематични международни научни форуми върху аксесорни минерали и методи за изследването им с цел специализирани дискусии, разширяване на научните контакти и публикуване в международни минераложки списания.

8. Резултатите от дисертационния труд използвани ли са вече в научната практика, има ли постигнат пряк икономически или друг ефект?

Резултатите от тези изследвания могат да бъдат използвани като фактология при бъдещи геоложки изследвания в района или върху минераложката проблематика. Протоколите за дифракция на обратно отразени електрони в SEM могат да бъдат приложени в научната практика.

9. Критични бележки и мотивирани препоръки за бъдещо използване на научните и/или научно-приложните приноси.

Докторантката до голяма степен е отчела направените на предзащитата забележки. Липсата на съдържание с номерирани страници затруднява прочита. В текста има някои терминологични неточности, например употребата на изрази като "деградация на структурата", "увредени образци", "ниско кристален циркон", "високо подреден" и др. Бих препоръчала използване на единен термин за описание на структурното състояние като "степен на подреденост/неподреденост". Терминът "прекристализация" е използван както

за твърдотелна дифузия, така и за процеси на разтваряне и преотлагане, което понякога води до объркване в интерпретацията на нохомогенните области в цирконовите кристали.

Считам, че броят на изследвани циркони е малък, особено при възможността да се изследват кристали в целия диапазон с акумулирани радиационни дози от 0 до $24 \cdot 10^{18}$ алфа-събития/г. Коментират се изменения на циркон вследствие на акумулиране на радиационни дефекти и хидротермално въздействие, а липсва сравнение с кристали, които не са променени от такива процеси.

Препоръчвам при оценката на акумулираните радиационни дефекти в циркон да се следва установения подход, а именно сравнение на експерименталната зависимост на ширината на Рамановия пик ($\nu_3 1008 \text{ cm}^{-1}$) от дозата със същата зависимост, установена за циркон, непретърпял повторни геоложки събития (Palenik et al., 2003) и апроксимирана с експоненциалната функция на теоретичния модел. По този начин ще се оцени степента на запазване или загуба на радиационни дефекти за периода на акумулация.

10. Авторефератът правилно ли отразява основните положения и научните приноси на дисертационния труд?

Представеният автореферат коректно отразява структурата, съдържанието на дисертационния труд и научните приноси.

11. Заключение с положителна или отрицателна оценка за представения дисертационен труд.

Дисертационният труд на Ева Анастасова „Електронномикроскопско изследване на REE-Th-U- съдържащи акцесорни минерали и продукти от тяхната промяна в скалите от Игралищенския гранитен плутон (Югозападна България)” отговаря на изискванията за придобиване на образователната и научна степен „доктор“, на ЗРАСРБ и Правилника за неговото приложение на Института по минералогия и кристалография „Акад. Иван Костов“ – БАН“.

Овладяването от докторантката на различни електронномикроскопски методики и тяхното прилагане към изучаване на акцесорни минерали, съдържащи радионуклиди и REE ми дава основание да оценя положително дисертационния труд и да предложа на научното жури да присъди на Ева Анастасова образователната и научна степен „доктор“ по научната специалност 4.4. Науки за земята (Минералогия и Кристалография).

7.12.2017 г.

Рецензент:

доц. д-р Росица Титоренкова, ИМК БАН