

«УТВЕРЖДАЮ»  
Заместитель генерального директора,  
кандидат технических наук  
Ю.Н. Шевченко  
«3» апреля 2019 г.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

**Федерального государственного унитарного предприятия  
«Всероссийский научно-исследовательский  
институт авиационных материалов»**

Диссертация Р.М. Дворецкова «Многоэлементный спектральный анализ авиационных жаропрочных никелевых сплавов» выполнена в Испытательном центре (ИЦ) Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов».

В период выполнения диссертации соискатель Дворецков Роман Михайлович работал в ФГУП «ВИАМ» в должности ведущего инженера.

Дворецков Р.М. поступил на работу в ФГУП «ВИАМ» в 2010 году в должности инженер 1 категории. Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» окончил в 2005 году по специальности «Стандартизация и сертификация» (присвоена квалификация – инженер).

Научный руководитель – доктор химических наук Барановская Василиса Борисовна, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук.

Учась в университете, в ходе подготовки курсовых научно-исследовательских и дипломной работ, Р.М. Дворецков освоил методы гравиметрического и титриметрического анализа, фотометрии,

вольтамперометрии, атомно-абсорбционной спектрометрии, рентгенофлуоресцентного и рентгеноструктурного анализа, освоил работу на атомно-спектральных и рентгеноспектральных приборах кафедры «Сертификации и аналитического контроля» НИТУ МИСиС.

С 2010 г., Р.М. Дворецков приступил к выполнению комплекса исследований и разработок в области аналитического контроля жаропрочных никелевых сплавов, которые в дальнейшем явились основой для его кандидатской диссертации.

По итогам обсуждения на заседании Научно-технического совета ИЦ ФГУП «ВИАМ» принято следующее заключение.

#### **Оценка выполненной соискателем работы**

Для решения актуальной проблемы анализа авиационных жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) последних поколений в диссертации предложен методический подход, основанный на применении инструментальных многоэлементных атомно-спектральных и рентгеноспектральных методов анализа. Предложен и реализован общий методический подход к многоэлементному атомно-эмиссионному с индуктивно связанной плазмой анализу (АЭС ИСП) ЖНС с использованием способа микроволновой пробоподготовки применительно к ЖНС различных марок для последующего АЭС ИСП определения 25 элементов из растворов. Исследованы спектральные интерференции элементов ЖНС, влияние матричного эффекта и несектральных помех. Проведена оптимизация инструментальных параметров с целью увеличения контрастности спектральных линий при определении легирующих элементов, микроэлементов и примесей. Проведено исследование метрологических характеристик метода АЭС ИСП при анализе ЖНС с использованием модельных растворов и стандартных образцов состава никелевых сплавов. Предложен и разработан способ изготовления комплектов многоэлементных стандартных образцов, соответствующих по составу ЖНС нового поколения, обеспечивающий однородность материала. Изготовлены образцы

авиационных сплавов нового поколения (ВЖМ4-ВИ, ВЖМ5У, ВЖМ7, ВЖМ8, ВКНА-25, ВКНА-1В) и проведена процедура получения аттестованных значений массовой доли элементов в стандартных образцах с использованием разработанных методик АЭС ИСП на установках, входящих в состав Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2011 (ФГУП «ВНИИОФИ»).

Разработанные и аттестованные СО современных ЖНС применены для разработки экспресс-методик анализа атомно-эмиссионной спектрометрии с искровым способом возбуждения и рентгенофлуоресцентной спектрометрии.

В целом, Романом Михайловичем Дворецковым выполнен значительный объем работы, в диссертации решена важная научная задача, имеющая теоретическое и практическое значение, как для аналитической химии, так и для производства авиационных жаропрочных никелевых сплавов - исследован и разработан многоэлементный метод атомно-эмиссионного с индуктивно связанной плазмой анализа жаропрочных никелевых сплавов новых поколений, созданы стандартные образцы состава жаропрочных никелевых сплавов типа ВЖМ и ВКНА, разработаны экспресс-методы для контроля качества состава ЖНС на всех этапах производства.

**Личное участие соискателя в получении результатов, изложенных в диссертации.**

Диссертация является самостоятельной, законченной и оригинальной научно-исследовательской работой. Лично автором проведен обзор литературных источников по теме диссертации, на основании чего совместно с научным руководителем были сформулированы цель и задачи исследования, разработан методический подход. Автором работы самостоятельно проведены исследования по АЭС-ИСП анализу, включающие разработку способа микроволновой подготовки проб, исследование возможностей инструментального АЭС-ИСП анализа ЖНС,

оценены метрологические характеристики метода применительно к определению 25 элементов. Совместно с к.х.н. Летовым А. Ф. и к.х.н. Карачевцевым Ф. Н. сделан вывод о необходимости создания стандартных образцов состава ЖНС нового поколения и разработан способ изготовления стандартных образцов сплавов типа ВЖМ и ВКНА. Изучено влияние способа выплавки стандартных образцов на конечное содержание, пористость и характеристики однородности легирующих элементов и примесей в литых заготовках. Оценена однородность материала стандартных образцов сплавов типа ВЖМ и ВКНА.

Р.М. Дворецковым разработаны методики АЭС ИСП для анализа авиационных ЖНС, совместно с ведущим инженером Орловым Г.В. разработаны методики экспресс-анализа ЖНС на основе методов атомно-эмиссионной спектromетрии с искровым способом возбуждения и рентгенофлуоресцентной спектromетрии, совместно с Карачевцевым Ф.Н. выполнена метрологическая оценка полученных результатов, спланировано и осуществлено внедрение разработанных методик в практику работы ИЦ ФГУП «ВИАМ». Совместно с к.т.н. Морозовой Г.И. проведено исследование фазового состава жаропрочных никелевых сплавов ВЖ172, ВЖ159 и др. с использованием способа электрохимической экстракции фаз и методик АЭС ИСП использованных для определения элементов ЖНС в электролитах с растворенными фазами ЖНС. Совместно с руководителем работы проведено обобщение результатов и сформулированы выводы.

В тексте автореферата и диссертации в случае заимствований присутствуют корректные ссылки, отмечены работы, выполненные совместно с коллегами.

#### **Степень достоверности результатов проведенных исследований.**

Степень достоверности результатов диссертационного исследования подтверждена метрологической аттестацией методик анализа, аттестацией стандартных образцов, межметодными и межлабораторными сличительными

испытаниями, корректным применением методов математической статистики, сделанные в диссертации выводы научно обоснованы.

### **Научная новизна результатов проведенных исследований.**

Научная новизна работы состоит в:

- обобщении особенностей ЖНС как объекта анализа, обосновании требований к перечню определяемых элементов, диапазону их содержаний и метрологическим характеристикам.
- предложении и реализации методического подхода к многоэлементному АЭС ИСП анализу ЖНС, включающего: пробоподготовку ЖНС в микроволновой системе, гармонизированную с методом конечного определения; исследование аналитических возможностей метода АЭС ИСП применительно к ЖНС – метрологических характеристик и источников влияния на результаты анализа; для выбранных аналитических линий оптимизацию параметров индуктивно связанной плазмы; установление влияния времени измерения аналитического сигнала на пределы определения аналитов; выбор спектральных линий Ga, In и Sc в целях внутренней стандартизации для каждой аналитической линии всех 25 определяемых в данной работе элементов ЖНС.
- предложении способа микроволновой пробоподготовки применительно к ЖНС для последующего АЭС ИСП определения 25 элементов из растворов: подобран состав кислотных смесей для растворения – предложено два варианта растворения в разбавленных кислотах - с HF и без HF, в зависимости от определяемых методом АЭС ИСП элементов ЖНС; исследован способ микроволновой подготовки ЖНС для растворения проб разных марок ЖНС;
- предложении и разработке способа изготовления многоэлементных стандартных образцов, соответствующих по составу ЖНС нового поколения, обеспечивающий однородность материала и возможность их аттестации.

### **Практическая значимость результатов проведенных исследований.**

Практическая значимость диссертации определяется необходимостью разработки новых точных, экспрессных, многоэлементных, универсальных методик спектрального и рентгеноспектрального анализа авиационных ЖНС нового поколения с улучшенными метрологическими характеристиками, включающих приборы и метрологическое обеспечение, соответствующее современным требованиям.

Разработана методика МИ 1.2.036-2011 измерений массовой доли бора, кремния, церия, иттрия, железа, меди, марганца и фосфора в наноструктурированных деформированных жаропрочных никелевых сплавах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой.

Разработана методика МИ 1.2.037-2011 измерений массовой доли алюминия, кобальта, рения, рутения, тантала и вольфрама в сплавах и материалах на никелевой основе методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

Разработана методика МИ 1.2.038-2011 измерений массовой доли хрома, молибдена, титана, ниобия и лантана в наноструктурированных деформированных жаропрочных никелевых сплавах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой.

Разработана методика МИ 1.2.061-2014 измерений массовой доли легирующих элементов и примесей в никелевых сплавах оптико-эмиссионным методом анализа.

Разработана методика МИ 1.2.071-2015 измерений массовой доли легирующих элементов и примесей в никелевых сплавах рентгенофлуоресцентным методом анализа.

Обоснован состав стандартных образцов ЖНС последнего поколения, выбраны и разработаны способы получения СО на примере сплавов типа ВЖМ и ВКНА, проведены исследования их состава, структуры, однородности, проведена аттестация и утверждение типов СО сплавов.

Изготовлены и аттестованы стандартные образцы сплавов ВЖМ4-ВИ, ВЖМ5У, ВЖМ7, ВЖМ8, ВКНА-25, ВКНА-1В и других ЖНС. Аттестованные СО ЖНС последних поколений применены для разработки экспресс-методик анализа атомно-эмиссионной спектрометрии с искровым способом возбуждения и рентгенофлуоресцентной спектрометрии, используемых при производстве ЖНС.

Разработанные методики с улучшенными метрологическими характеристиками внедрены в практику работы ИЦ ФГУП «ВИАМ», востребованы и перспективны для использования в авиационной отрасли промышленности.

**Ценность научных работ соискателя** заключается в получении новых данных о возможностях и методических особенностях современных методов анализа жаропрочных никелевых сплавов, их надежности и метрологических характеристиках.

#### **Специальность, которой соответствует диссертация**

Диссертация Дворецкова Романа Михайловича соответствует паспорту специальности 02.00.02- аналитическая химия по формуле и областям исследований (П.2-Методы химического анализа; П.4-Методическое обеспечение химического анализа; П.6-Метрологическое обеспечение химического анализа; П.9-Анализ неорганических материалов и исходных продуктов для их получения).

#### **Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем**

Результаты работы Дворецкова Романа Михайловича опубликованы в 15 статьях в журналах из перечня рецензируемых научных журналов, включенных Высшей аттестационной комиссией России в список изданий, рекомендуемых для опубликования научных результатов диссертации на соискание ученой степени кандидата наук, и 4 тезисах докладов на российских и международных конференциях:

1. Дворецков Р.М., Барановская В.Б., Мазалов И.С., Карачевцев Ф.Н. Применение атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой для анализа электролитов при электролитической экстракции фаз никелевых сплавов // Труды ВИАМ. 2018. № 12 (72). с. 107-120.
2. Дворецков Р.М., Петров П.С., Орлов Г.В., Карачевцев Ф.Н., Летов А.Ф. Стандартные образцы новых марок жаропрочных никелевых сплавов и их применение для спектрального анализа // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. т. 84. № 11. с. 15-22.
3. Карачевцев Ф.Н., Алексеев А.В., Летов А.Ф., Дворецков Р.М. Плазменные методы анализа элементного химического состава никелевых сплавов // Авиационные материалы и технологии. 2017. № s. с. 483-497.
4. Гундобин Н.В., Титов В.И., Пилипенко Л.В., Дворецков Р.М. Определение бора в сплавах системы Ni-Ti // Труды ВИАМ. 2016. № 1 (37). с. 56-61.
5. Дворецков Р.М., Волкова О.С., Радзиковская В.Н., Бурова В.Н. Определение бериллия в современных авиационных материалах методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // Труды ВИАМ. 2016. № 4 (40). с. 5.
6. Загвоздкина Т.Н., Карачевцев Ф.Н., Дворецков Р.М., Механик Е.А. Применение оптико-физических методов измерений для исследований состава новых авиационных материалов // Метрология. 2015. № 1. с. 60-68.
7. Карачевцев Ф.Н., Загвоздкина Т.Н., Дворецков Р.М., Зябликова И.Н. Применение модельных растворов при разработке и реализации методик АЭС-ИСП // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2015. № 2. с. 10-15.
8. Дворецков Р.М., Курпякова Н.А., Колмыкова Н.А., Карачевцев Ф.Н. Исследование фазового состава диффузионного слоя теплостойкой стали ВКС10-У-Ш // Труды ВИАМ. 2015. № 10. с. 5.



9. Карачевцев Ф.Н., Загвоздкина Т.Н., Дворецков Р.М. Определение кремния в никелевых сплавах методом АЭС-ИСП в сочетании с микроволновой подготовкой // Труды ВИАМ. 2015. № 12. с. 7.

10. Загвоздкина Т.Н., Карачевцев Ф.Н., Дворецков Р.М. Применение модельных растворов в атомно-абсорбционном анализе // Труды ВИАМ. 2015. № 3. с. 10.

11. Дворецков Р.М., Мазалов И.С., Морозова Г.И., Филонова Е.В. Особенности легирования, фазового состава и структуры никелевого деформируемого жаропрочного сплава ВЖ172 // Металловедение и термическая обработка металлов. 2014. № 4 (706). с. 12-18.

12. Карачевцев Ф.Н., Дворецков Р.М., Загвоздкина Т.Н. Микроволновая пробоподготовка никелевых сплавов для определения легирующих элементов методом АЭС-ИСП // Труды ВИАМ. 2014. № 11. с. 11.

13. Титов В.И., Гундобин Н.В., Пилипенко Л.В., Дворецков Р.М. Определение карбида кремния и нитрида алюминия в уплотнительном материале на основе никеля // Труды ВИАМ. 2014. № 5. с. 3.

14. Гундобин Н.В., Титов В.И., Пилипенко Л.В., Дворецков Р.М. Спектрофотометрическое определение ниобия в жаропрочных никелевых сплавах, содержащих тантал // Труды ВИАМ. 2014. № 8. с. 10.

15. Дворецков Р.М., Карачевцев Ф.Н., Загвоздкина Т.Н., Механик Е.А. Определение легирующих элементов никелевых сплавов авиационного назначения методом АЭС-ИСП в сочетании с микроволновой пробоподготовкой // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2013. т. 79. № 9. с. 6-9.

Таким образом, диссертация Дворецкова Романа Михайловича является научно-квалификационной работой, в которой решена важная задача аналитической химии – исследован и разработан комплекс оптико-спектральных и рентгеноспектральных методик многоэлементного анализа авиационных жаропрочных никелевых сплавов с улучшенными

метрологическими характеристиками на основе новых методических подходов.

Работа Дворецкова Р.М. полностью соответствует требованиям пп.9 - 14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 №842 (в редакции от 28.08.2017), предъявляемых к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук.

Испытательный центр рекомендует диссертационную работу **«Многоэлементный спектральный анализ авиационных жаропрочных никелевых сплавов» Дворецкова Романа Михайловича** к защите на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 «Аналитическая химия».

Заключение принято на заседании Научно-технического совета Испытательного центра Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов».

Присутствовало на заседании 14 человек. Результаты голосования: «за» – 14 чел., «против» – нет, «воздержалось» – нет, протокол № 14 от 02 апреля 2019 г.

Начальник Испытательного центра  
ФГУП «ВИАМ», доктор технических  
наук, доцент



А.В. Славин