

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.021.01
на базе Федерального государственного учреждения науки Института общей и
неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук
по диссертации Дворецкова Романа Михайловича
«Многоэлементный спектральный анализ авиационных жаропрочных никелевых
сплавов» на соискание ученой степени кандидата химических наук по
специальности 02.00.02 аналитическая химия

Аттестационное дело № _____

Решение диссертационного совета от «19» июня 2019 г. протокол № 42

О присуждении Дворецкову Роману Михайловичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата химических наук.

Диссертация «Многоэлементный спектральный анализ авиационных жаропрочных никелевых сплавов» по специальности 02.00.02 - аналитическая химия выполнена в Федеральном государственном унитарном предприятии «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственном научном центре (ФГУП «ВИАМ»).

Диссертация принята к защите 12 апреля 2019 года, протокол №40, диссертационным советом Д 002.021.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук, Министерство науки и высшего образования Российской Федерации (119991, г. Москва, Ленинский проспект, д.31), приказ о создании диссертационного совета №105/нк от 11 апреля 2012 года.

Соискатель Дворецков Роман Михайлович, 1983 г.р., гражданин Российской Федерации, в 2005 году окончил Московский институт стали и сплавов (Технологический университет). В период подготовки диссертации Дворецков Роман Михайлович занимал должности инженера 1 категории и инженера 2 категории ФГУП «ВИАМ». В настоящий момент занимает должность ведущего инженера ФГУП «ВИАМ».

Научный руководитель – **Барановская Василиса Борисовна**, доктор химических наук, ведущий научный сотрудник Федерального государственного

бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова Российской академии наук.

Официальные оппоненты:

Ермолаева Татьяна Николаевна, доктор химических наук, профессор, профессор кафедры химии (Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Липецкий государственный технический университет»);

Степановских Валерий Васильевич, кандидат технических наук, директор Закрытого акционерного общества «Институт стандартных образцов»

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация - Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН), г. Москва, *в своем положительном заключении*, подписанном председателем коллоквиума, заведующим Аналитической лабораторией ИМЕТ РАН, доктором технических наук Казенасом Е.К. и утвержденном директором института, членом-корреспондентом РАН Комлевым Владимиром Сергеевичем, указала, что диссертационная работа Дворецкова Романа Михайловича является законченной научно-исследовательской квалификационной работой, в которой дано новое решение актуальной научной задачи, имеющей хозяйственное значение, - обоснованно выбран основной метод анализа жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) – атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП); разработаны высокоэффективные способы пробоподготовки; созданы стандартные образцы состава новых марок ЖНС; разработаны и аттестованы методики анализа с корректной оценкой их метрологических характеристик, также исследованы и разработаны экспрессные рентгенофлуоресцентные и атомно-спектральные с искровым источником возбуждения методики для аналитического контроля по ходу производства ЖНС. Также отмечено, что по актуальности, научной новизне, объему выполненных исследований, практической значимости полученных результатов представленная диссертационная работа соответствует критериям, установленным

п.9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 №842, отвечает всем требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор Р.М.Дворецков заслуживает присуждения искомой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02-аналитическая химия.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается профилем их специализации, близкой к теме диссертации, наличием публикаций в рецензируемых научных изданиях по теме диссертации, а также широкой возможностью дать объективную оценку всех аспектов диссертационной работы.

Соискатель имеет 15 опубликованных работ по теме диссертации, опубликованные в рецензируемых журналах, включенных в перечень ВАК, Российской Федерации (2 статьи в журналах, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия). В опубликованных диссертантом и соавтором работах полностью отражены основные результаты диссертационной работы (1) 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. 2) 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. 3) 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. 4) Дворецков Р.М., Барановская В.Б., Мазалов И.С., Карачевцев Ф.Н. Применение атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой для анализа электролитов при электролитической экстракции фаз никелевых сплавов // Труды ВИАМ. 2018. № 12 (72). с. 107-120 5) 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. с. 483-497. 6) Дворецков Р.М., Волкова О.С., Радзиковская В.Н., Бутова В.Н. Определение бериллия в современных авиационных материалах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой // *Труды ВИАМ*. 2016. № 4 (40). с. 5 7) 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. 8) 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. 9) 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.), обоснована перспективность исследований, новизна подходов, актуальность и ценность полученных результатов для развития данной области знаний. Так, разработанный комплекс аналитических методов может быть эффективно применен для контроля качества новых жаропрочных никелевых сплавов в авиационной и аэрокосмической промышленности.

На автореферат поступили отзывы заместителя директора Всероссийского научно-исследовательского института метрологической службы «ВНИИМС», кандидата технических наук Иванниковой Натальи Витальевны, руководителя по направлению Департамента расследований и экономической защиты ПАО «ГМК «Норильский никель», кандидата технических наук Горбатенко Валентина Павловича, директора ООО «Аналитический, сертификационный и эколого-аналитический центр «Ансертэко», кандидата химических наук Алексеевой Татьяны Юрьевны, профессора Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения Высшего образования «Кубанский государственный университет», доктора химических наук Бурылина Михаила Юрьевича, заведующего лабораторией аналитической химии высокочистых веществ, старшего научного сотрудника Федерального государственного бюджетного учреждения

науки Института высокочистых веществ им. Г.Г.Девярых Российской академии наук, кандидата химических наук Пименова Владимира Георгиевича.

В поступивших отзывах отмечена новизна, актуальность, теоретическая и практическая значимость полученных результатов диссертационной работы. Отмечена высокая квалификация диссертанта, масштабность проведенного исследования. В качестве замечаний отмечены желательность пояснения односторонности блока по разработке способа микроволнового разложения проб ЖНС в схеме методического подхода выполнения исследований и отсутствие рисунка 3, на который имеется ссылка, поясняющий параметр контрастность. Во всех отзывах отмечен незначительный характер замечаний, не влияющий на общую высокую оценку диссертационной работы, и отмечено ее соответствие действующим требованиям.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

предложен и реализован общий методический подход к многоэлементному АЭС ИСП анализу ЖНС, включающий изучение основных факторов, влияющих на аналитический сигнал, и исследование пробоподготовки ЖНС в микроволновой системе, гармонизированной с методом конечного определения элементов.

предложен и реализован способ 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 и реализован способ микроволновой подготовки ЖНС для растворения проб разных марок ЖНС.

предложен, разработан и реализован способ изготовления комплектов многоэлементных стандартных образцов, соответствующих по составу ЖНС нового поколения. Изготовлены и аттестованы стандартные образцы сплавов ВЖМ4-ВИ, ВЖМ5, ВЖМ5У, ВЖМ7, ВЖМ8. Аттестованные СО применены для разработки экспресс-методик атомно-эмиссионного спектрального с искровым способом

возбуждения и рентгенофлуоресцентного анализа в ходе технологического процесса.

разработаны и аттестованы методики: определения бора, кремния, церия, иттрия, железа, меди, марганца и фосфора в наноструктурированных деформированных жаропрочных никелевых сплавах методом АЭС ИСП; определения алюминия, кобальта, рения, рутения, тантала и вольфрама в сплавах и материалах на никелевой основе методом АЭС ИСП; определения хрома, молибдена, титана, ниобия и лантана в наноструктурированных деформированных жаропрочных никелевых сплавах методом АЭС ИСП; определения легирующих элементов и примесей в никелевых сплавах атомно-эмиссионным методом анализа с искровым источником возбуждения; определения легирующих элементов и примесей в никелевых сплавах рентгенофлуоресцентным методом анализа

Эти методики внедрены в практику работы Испытательного центра ФГУП «ВИАМ».

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- 1) **предложен и обоснован** единый методический подход к аналитическому контролю ЖНС, включающий:
 - исследование и разработку комплекса взаимодополняющих методов анализа: атомно-эмиссионный анализ с индуктивно связанной плазмой и искровым возбуждением, рентгенофлуоресцентный анализ, а также разграничение областей их применения;
 - исследование и разработку оригинальных способов химической пробоподготовки ЖНС в микроволновой системе с использованием смесей кислот, в которых достигается полное растворение всех компонентов пробы;
 - исследование аналитических возможностей метода АЭС ИСП и их реализация применительно к ЖНС, в том числе выбор спектральных линий In и Sc в качестве внутренних стандартов для всех 25 определяемых элементов ЖНС;
- 2) **предложена, исследована и разработана** процедура изготовления и аттестации стандартных образцов состава ЖНС нового поколения.

Применительно к проблематике диссертации соискателем исследованы и охарактеризованы особенности ЖНС как объекта анализа- многообразие легирующих элементов, регламентируемые диапазоны их содержаний и метрологические характеристики, сформулированы требования к выбору аналитических методов, а также выбран и использован ряд современных методов анализа – АЭС-ИСП с микроволновой пробоподготовкой, атомно-эмиссионная спектроскопия с искровым источником возбуждения, рентгеновская флуоресцентная спектроскопия, что обеспечило новизну методических решений и достоверность полученных результатов.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработаны, метрологически аттестованы и внедрены взаимодополняющие новые аналитические методики атомно-эмиссионного и рентгенофлуоресцентного анализа никелевых сплавов, которые обеспечивают выполнение требований к качеству ЖНС современного поколения.

В основу диссертации положен единый методический подход, включающий микроволновую пробоподготовку, исследование и разработку атомно-эмиссионного метода анализа с индуктивно связанной плазмой, изготовление и аттестацию стандартных образцов состава, разработку и применение экспресс-методов атомно-эмиссионного анализа с искровым источником возбуждения и рентгенофлуоресцентного анализа для контроля состава ЖНС в ходе технологического процесса, разработку и аттестацию методик анализа с улучшенными метрологическими характеристиками с последующим их внедрением в практику профильных аналитических лабораторий.

Оценка достоверности результатов исследования выявила: достоверность результатов работы подтверждена официальной метрологической аттестацией разработанных методик анализа и разработанных стандартных образцов, межметодными сличительными испытаниями, привязкой к Государственному первичному эталону, корректным применением методов

математической статистики и метрологии, научной обоснованностью сделанных выводов.

Личный вклад соискателя состоит в постановке цели и задач работы, разработке методического подхода к анализу ЖНС, выбору взаимодополняющих аналитических методов и их комбинированию для решения задач многоэлементного анализа ЖНС, разработке стандартных образцов состава ЖНС нового поколения, выполнении всех экспериментальных работ, разработке методик анализа и их внедрении.

Таким образом, кандидатская диссертация Романа Михайловича Дворецкова «Многоэлементный спектральный анализ авиационных жаропрочных никелевых сплавов» является **научно-квалификационной работой, представляющей собой новое решение актуальной научной задачи, имеющей важное хозяйственное значение** - научно обоснован, разработан и внедрен комплекс взаимодополняющих современных аналитических методов – атомно-эмиссионной спектрометрии и рентгеноспектрального анализа применительно к контролю качества авиационных никелевых сплавов последних поколений

Диссертация Дворецкова Романа Михайловича полностью соответствует паспорту специальности 02.00.02- аналитическая химия по формуле и областям исследований, а также критериям, установленным п.п. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года №842, а ее автор является высококвалифицированным специалистом и заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 аналитическая химия.

На заседании от 19 июня 2019 года диссертационный совет принял решение присудить Дворецкову Роману Михайловичу ученую степень кандидата химических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве **19** человек, из них **6** докторов наук по специальности 02.00.02, участвовавших в заседании, из **25** человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на

разовую защиту нет человек, проголосовали: за 19, против нет, недействительных бюллетеней нет (протокол заседания счетной комиссии №18 от 19.06.2019 г.).

Председатель диссертационного совета,
академик РАН



Н.Т. Кузнецов

Ученый секретарь диссертационного
совета, к.х.н.



А.Ю. Быков