



ЗАТВЕРДЖУЮ

Засл. Директора ІНМ НАН України
член-кор. НАН України, д.т.н.
Олександр БОЧЕЧКА

"09" липня 2024 р.

ВИСНОВОК рецензентів

про наукову новизну, теоретичне та практичне значення результатів дисертаційної роботи Стратійчука Дениса «НАУКОВІ ЗАСАДИ СТВОРЕННЯ ТЕРМОСТІЙКИХ НАДТВЕРДИХ КОМПОЗИТІВ ІНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ПРИЗНАЧЕННЯ ІЗ ЗВ'ЯЗКАМИ НА ОСНОВІ ТУГОПЛАВКИХ СПОЛУК ПЕРЕХІДНИХ МЕТАЛІВ», подану на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – «Матеріалознавство»

Дисертаційна робота «Наукові засади створення термостійких надтвердих композитів інструментального призначення із зв'язками на основі тугоплавких сполук перехідних металів» була заслухана на засіданні Секції №1 (протокол № 6 від 02 липня 2024 р). На засіданні Вченої ради, згідно протоколу № 4 від 22 травня 2024 р. було встановлено, що попередня експертиза докторської дисертації проводитиметься секцією №1 «Надтверді, тугоплавкі і композиційні матеріали та їх властивості» Вченої ради інституту, а рецензентами призначено: д.т.н. Кайдаш О.М., спеціальність 05.02.01 – «Матеріалознавство», д.т.н. Лисаковського В.В., спеціальність 05.02.01 – «Матеріалознавство», д.т.н. Фесенко І.П., спеціальність 05.02.01 – «Матеріалознавство».

В засіданні приймали участь: академік НАНУ Туркевич В.З., член-кор. НАНУ Бочечка О.О., д.т.н. Петруша І.А., д.т.н. Івахненко О.О., д.т.н. Кайдаш О.М., д.т.н. Лисаковський В.В., д.т.н. Фесенко І.П., д.т.н. Петасюк Г.А., д.ф.м.н. Ткач В.М., к.т.н. Боримський О.І., к.т.н. Свердун В.Б., д.х.н. Логінова О.Б., к.т.н. Коваленко Т.В., к.т.н. Занєвський О.О., к.т.н. Цисар М.О., к.т.н. Старик С.П., к.т.н. Супрун О.М., к.т.н. Кулаківський В.М., к.т.н. Ільницька Г.Д.

В обговоренні прийняли участь: академік НАНУ Туркевич В.З., член-кор. НАНУ Бочечка О.О., д.т.н. Кайдаш О.М., д.т.н. Лисаковський В.В., д.т.н. Фесенко І.П., д.т.н. Петруша І.А., д.т.н. Івахненко О.О., к.т.н. Боримський О.І.

Здобувач закінчив докторантуру 01 вересня 2015 р. Назва дисертаційної роботи «Спікання високоміцних термостабільних алмазовмісних композитів в системах с подвійними карбідами при високих тисках і температурах» була скоригована на «Наукові засади створення термостійких надтвердих композитів інструментального призначення із зв'язками на основі тугоплавких сполук перехідних металів» (засідання Вченої ради від 26.01.2023 р, протокол № 1).

В результаті обговорення рецензенти прийняли наступний висновок:

Актуальність роботи. Стрімкий розвиток передових інженерних технологій тісно пов'язаний з ростом вимог до надійності та довговічності

виробів для кінцевого споживача. Це обумовлює використання таких незамінних у своїх галузях конструкційних матеріалів, як пластик, скло, деревина, різноманітні жароміцні та корозійностійкі сплави, а також вироби із бетону, кераміки, каменю. Усі вищезазначені матеріали мають одну спільну властивість: їх потрібно оброблювати, виготовляти вироби, які відповідають потребам замовника. Незважаючи на розвиток високоефективних технологій формування, таких як лиття під тиском, обробка матеріалів під тиском, сучасний 3D-друк, зварювання тертям, тощо, саме обробка матеріалів різанням залишається найбільш універсальним і затребуваним методом формування кінцевих виробів. Тому обробна промисловість є дуже важливим сегментом світової економіки. Було підраховано, що зниження вартості ріжучого матеріалу на 20 % знижує собівартість виробу лише на 0,6 %, а підвищення строку служби різального інструменту в 2 рази – на 1,5 %. З іншого боку, використання сучасного оброблювального інструменту, який дозволить збільшити швидкість та скоротити час обробки, дозволяє знизити собівартість виробу на 15–20 %.

На сьогодні актуальним є питання вдосконалення існуючих різальних матеріалів та створення нових з покращеним комплексом властивостей (твердість, міцність, зносостійкість, термостабільність), які здатні працювати за умови підвищеної температури в області різання, ударного навантаження та в широкому інтервалі швидкостей обробки. Після відкриття технологій виготовлення штучних алмазів, а згодом і його структурного аналога cBN, світ пережив значні переми в оброблювальній галузі. Оскільки композити на основі C_{ALM} та cBN фактично в рази, а це сотні відсотків, перевищують за своїми експлуатаційними характеристиками твердосплавний інструмент, який на той час вважався найкращим. Провівши попередні випробування, згодом було з'ясовано, що алмазовмісна кераміка доволі ефективна під час обробки каменю, деревини, мідних сплавів, скла та бетону, однак значно поступається cBN-матеріалам під час металообробки, особливо сталей, що містять метали підгрупи заліза. Все це пов'язано із хімічними процесами, які відбуваються в місцях контакту між різцем і оброблювальною поверхнею. Саме така контактна дифузія досить часто є вирішальним фактором придатності того чи іншого матеріалу в оброблювальній промисловості.

Розробка надтвердих керамічних матеріалів на базі C_{ALM} та cBN із самого початку 1960-х років нерозривно пов'язана із пошуком зв'язок та активаторів спікання даних фаз. Оскільки за рахунок міцних міжатомних зв'язків і високих $T_{пл}$ консолідація у надтверду кераміку чистих мікропорошків алмазу та кубічного нітриду бору є технологічно складним завданням. Активатори спікання сприяють або розриву міжатомних зв'язків, або утворюють нові хімічні сполуки, які зв'язують зерна надтвердої фази у єдину міцну кераміку, з якої в подальшому можна виготовити ефективний інструмент для оброблювальної промисловості. Оскільки хімічна природа алмазу та кубічного нітриду бору різна, речовини, які застосовуються для активаційного спікання C_{ALM} , зазвичай не підходять для спікання мікропорошків cBN і навпаки.

Постановка завдання. Розробка керамічних інструментальних матеріалів на основі cBN інтенсивно проводиться такими світовими гігантами, як ElemSix, Seco Tools AB, CeramTec GmbH, De Beers Group, і наразі розроблені методи для підвищення продуктивності ріжучого інструменту на основі цих матеріалів з використанням різних технологій формування (HPHT, SHS та ін.), оптимізацією хімічного складу (вибору зв'язки) та вмісту cBN, що в кінцевому випадку спричинило виокремлення двох груп cBN-композитів, а саме: *BL*-групи (45–65 % (за об'ємом)) та *BH*-групи (70–95 % (за об'ємом)). Загалом на протязі тривалого часу розробка матеріалів для різального інструменту на основі cBN рухалась в напрямку підвищення твердості, що в більшості випадків закономірно спричинило зниження тріщиностійкості та скорочення терміну служби ріжучого інструменту. В той же час, матеріали з низьким вмістом cBN (*BL*-група) показали себе краще, ніж матеріали з високим вмістом cBN, особливо у випадку фінішної обробки високонаповнених сталей, нікелевих суперсплавів, і тому доцільно покращувати експлуатаційні характеристики саме цієї групи керамічних матеріалів. Важливою сучасною проблемою є створення зносостійких ріжучих матеріалів з низьким вмістом cBN, які зможуть забезпечити високу якість оброблюваної поверхні, на рівні фінішної обробки в умовах підвищених (до 500 м/хв) швидкостей мікроточіння, з очевидною метою зменшення необхідного часу на обробку деталей у виробництві та зниження витрат. Існує багато шляхів вирішення даної проблеми, однак основні механізми підвищення зносостійкості реалізуються за рахунок регулювання типу компонентів (зв'язок), їх кількості, вибору технології спікання, підготовки мікропорошків, тощо. Розповсюдженими наповнювачами cBN-матриці є TiC, TiCN, TiN, Co&Al, які застосовуються у промислових масштабах під час виготовлення надтвердої ріжучої кераміки *BL*-групи. В такий спосіб ведучі корпорації світу виготовляють матеріали, що зареєстровані під торговими марками: CBN100, CBN170, WBN565 та ін.

В той же час оброблювальна промисловість, яка базується на використанні іншого надтвердого матеріалу – алмазу, стикається із подібними труднощами, а саме вибором активаторів спікання, які б зв'язували алмазні зерна у міцний композит, а з іншого боку, своєю присутністю в $S_{\text{АЛМ}}$ -матриці не створювали додаткових мікронапружень, або не знижували загальну термостійкість кераміки. Коефіцієнти термічного розширення компонентів зазвичай відіграють вирішальну роль, оскільки, як відомо, дана величина для алмазу критично низька ($1,1 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$) і тому важко підібрати відповідні речовини, які б мали незначне відхилення від КТР $S_{\text{АЛМ}}$. Для алмазовмісної кераміки немає умовного поділу на *BL&BH*-групи, оскільки вся інструментальна кераміка представлена високонаповненими композитами, які містять від 80 до 95 % (за об'ємом) алмазної фази. На сьогодні серед найбільш комерційно успішних та термостійких надтвердих матеріалів, які містять алмаз, є керамічні продукти, отримані в системах: $S_{\text{АЛМ}}$ – кремній (матеріали класу АКТМ, Syndax3), $S_{\text{АЛМ}}$ – кобальт (в тому числі АТП, PDC) та CVD-полікристали. Двошарові пластини типу PDC займають ліву частку

комерційної продукції за рахунок своєї високої зносостійкості та можливості кріплення шляхом напаювання до робочого корпусу інструменту. Таким чином створюються бурові долота, циркулярні пили для дерево- та каменеобробки. У 1980-х роках компанія GeneralElectric (USA) та Sumitomo Company (Японія) вивчали видалення Со із алмазного шару PDC, створюючи тим самим терmostійкий матеріал, який складається із суцільного алмазного каркасу. При цьому новостворений композит мав дещо вищу ударну в'язкість, терmostійкість і успішно пройшов випробування під час буріння скельних порід, зокрема базальту та граніту високої щільності. На сьогоднішній день хімічне видалення Со із алмазного шару АТП є доступною та розповсюдженою технологією не вважаючи на її високу вартість.

Тому пошук нових активаторів спікання для мікропорошків cBN та $C_{алм.}$, дослідження НРНТ процесів консолідації в системах надтверда матриця – наповнювач, а також створення в цих системах високопродуктивного інструменту із низьким рівнем мікронапружень, високою міцністю, терmostійкістю та хімічної інертності по відношенню до оброблювального матеріалу, є **важливим і актуальним** завданням як в науковому так і прикладному плані.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Робота здійснювалась в ІНМ НАНУ в рамках науково-дослідних робіт: III-120-13 (0132), номер держреєстрації № 0112U008445; III-1-16 (0134), номер держреєстрації № 0115U006572; та Європейського гранту: NUMBER — 689279 — Project Flintstone2020 — Program Horizon 2020 «Next generation of superhard non-CRM materials and solutions in tooling — Flintstone2020». Також під час виконання роботи було підписано та успішно реалізовано декілька міжнародних контрактів (K1/33, K1/34 та K1/35) із Sandvik mining and construction tools AB та компанією ElementSix. Все це дозволило в кінцевому випадку підвести науково-технологічні розробки до реалізації в умовах сучасної промисловості ведучих країн світу.

Метою дисертаційної роботи є створення наукових засад НРНТ спікання надтвердих композитів інструментального призначення на базі cBN та $C_{алм.}$, із використанням в якості зв'язок тугоплавких сполук перехідних металів III–V груп Періодичної системи хімічних елементів.

Для її досягнення дисертантом вирішено низку як технологічних, так і наукових завдань, серед яких найголовніші:

- визначити перелік зв'язок, які здатні із cBN-матрицею створювати високопродуктивну кераміку інструментального призначення. Для цього були ретельно проаналізовані бінарні та квазібінарні системи, в яких вже створено КМК та визначено залежність між складом вихідної шихти, умовами НРНТ спікання та фізико-технічними характеристиками надтвердого матеріалу. З'ясовано, що cBN-карбідні та cBN-нітридні системи мають найбільший потенціал та в даному випадку можуть бути взяті за основу. Як вже відмічалось вище, значна частина комерційно успішних матеріалів BL-групи по типу CBN100, CBN170, WBN565 сформовані саме в таких композиціях. Відомо, що на сьогодні немає систематичних досліджень багатьох інших карбідних, жароміцних оксидних або

нітридних сполук перехідних металів як зв'язок, що відкриває значне поле діяльності для дослідника.

- встановити термохімічні характеристики як для cBN, так і алмазних надтвердих керамік під час нагрівання готових до випробування ріжучих пластин у відкритому середовищі імітуючи тим самим фізико-хімічні процеси в зоні різання які реалізуються під час високошвидкісної обробки.

- дослідити вплив карбідів та нітридів перехідних *3d-5d* металів на процеси формування твердих розчинів на їх основі під час НРНТ спікання cBN- композитів BL- групи.

- вивчити процеси як твердофазного так і рідкофазного НРНТ спікання в системах C_{ALM} . – подвійні карбіди для створення високомодульної термостійкої кераміки в якій мінімізовано графітизацію в міжзереному алмазному просторі.

- дослідити зв'язок між експлуатаційними характеристиками та типом зв'язки для систем C_{ALM} -Co(WC)-Ti(Si)рід. і встановлено закономірності між природою активуючих добавок, *p,T*- параметрами спікання та фізико-технічними характеристиками надтвердої інструментальної кераміки типу АТП.

- створити основи промислового впровадження розроблених композитів та розробити технологічний ланцюжок операцій, який можна реалізувати на сучасних заводах із виготовлення надтвердої кераміки.

Об'єктом, який досліджено в роботі, є процеси формування надтвердих композитів інструментального призначення на базі C_{ALM} та cBN із використанням в якості зв'язок тугоплавких сполук перехідних металів III–V груп Періодичної системи хімічних елементів.

Предмет дослідження – кероване формування високоефективної надтвердої кераміки інструментального призначення на базі C_{ALM} та cBN із в якості зв'язок тугоплавких сполук перехідних металів.

Наукова новизна одержаних результатів полягає у наступному:

1. Для карбідів перехідних металів: TiC, TiCN, NbC, VC, ZrC, Cr₃C₂, TaC, Mo₂C, HfC, Ti₄WC₅ в апаратах високого тиску типу «тороїд-30» вперше показано здатність формувати із мікропорошками cBN керамічні композити інструментального призначення де зерна cBN та наповнювач створюють керамо-матричну основу без зміни початкової морфології та розміру зерен.

2. Вперше показано, що утворення твердих розчинів заміщення по типу (Ti_xV_{1-x})(C,N) або (Ti_xZr_{1-x})(C,N) є головним чинником який сприяє спіканню керамо-матричних композитів в системах cBN-TiC-VN-Al, cBN-TiC-ZrN-Al, а отримана в такий спосіб надтверда кераміка за працездатністю на 80 % перевищує існуючі світові аналоги.

3. Вперше доведено, що під час НРНТ спікання в системах cBN-NbN-Al₂O₃-Al, cBN-VN-Al₂O₃-Al, cBN-HfN-Al₂O₃-Al формування оксонітридних твердих розчинів дозволяє створити інструментальну ріжучу кераміку яка є особливо ефективною під час високошвидкісної (*v_c* – 420 м/хв) металообробки сталі AISE 316 L та суперсплаву Inconel 718.

4. Вперше створено інструментальну кераміку в системах cBN-дисиліциди (MoSi₂, WSi₂, VSi₂, CrSi₂) - Al, показано, що високотемпературне

спікання супроводжується формуванням азотовмісних твердих розчинів та відповідних боридів d - елементів (α -MoB, CrB, VB₂, WB), масова частка яких в кінцевому продукті не перевищують 2-3 %, а отримані керамо-матричні композити є ефективними під час точіння нержавіючої сталі AISI 316L.

5. Вперше показано, що твердофазне спікання алмазних мікропорошків із подвійними карбідами 3d-5d металів які мають вакантну за вуглецем структуру, призводить до транспорту карбону і сприяє формуванню термостійкої С_{АЛМ}-кераміки яка є особливо ефективною під час обробки мармуру високої щільності та піщаника.

6. Вперше з'ясовано, що рідкофазне спікання в системах С_{АЛМ}-подвійні карбіди-Si(рід.) призводить до формування жароміцного β SiC який разом із подвійними карбідами формують матрицю в якій локалізовано алмазна фаза, а спечена в такий спосіб надтверда інструментальна кераміка має термостійкість на повітрі 1250 °С.

7. Використовуючи НРНТ спікання в АВТ типу тороїд-30 вперше отримано тришарові АТП та показано, що цілеспрямоване формування в алмазозносному шарі Ti₄WC₅, або Co₂Si частого або повністю звільняє С_{АЛМ}-каркас від шкідливого Со та на 20-30 % підвищує працездатність алмазного інструменту під час каменеобробки важких порід.

Практичне значення отриманих результатів.

1. На базі проведених досліджень і отриманих результатів створено нові надтверді композиційні матеріали із високими експлуатаційними характеристиками які здатні працювати в умовах високошвидкісної обробки нержавіючих сталей та щільних порід, зокрема гранітів та мармуру. Розроблено технологічний регламент НРНТ спікання ріжучих пластин Ø 9,52 мм, який можна реалізовувати у промислових масштабах на сучасних заводах по виготовленню інструментальної кераміки.

2. Під час високошвидкісного точіння загартованих нержавіючих та високолегованих сталей по типу: AISI 316 L, Caldie (Uddeholm AB) та суперсплаву Inconel 718 продемонстровано високу ефективність кераміки вперше отриманої в карбонітридних cBN-TiC-ZrN-Al, cBN-TiC-VN-Al та оксонітридних системах cBN-NbN-Al₂O₃-Al, cBN-VN-Al₂O₃-Al. Використання розроблених керамічних композитів дає змогу підвищити термін служби різального інструменту на 50-80 % по відношенню до існуючих світових аналогів (підтверджено актами випробування Element SiX, UK та LUND Universities).

3. Обґрунтовано базові засади створення нової високомодульної термостійкої алмазовмісної кераміки яка містить у своєму складі подвійні карбіди перехідних металів та жароміцну фазу карбіду кремнію і є особливо ефективною під час точіння гранітів високої щільності та мармуру. Здійснюючи рідкофазне НРНТ спікання дало можливість створити С_{АЛМ}-інструментальну кераміку із термостійкістю на повітрі 1250 °С та модулем Юнга 880 ГПа, яка здатна конкурувати із світовими аналогами групи РСD матеріалів (підтверджено актами випробування ПП Інструмент Сервіс).

4. Розроблено спосіб отримання тришарових АТП в яких робоча частина збіднена на кобальт та має термостійкість на повітрі 860 °С. Створені на WC-

Со підкладці композити є ефективними при каменеобробки, зокрема під час точінні Коростишевського граніту X категорії та мармуру високої щільності що може знайти своє застосування в геологорозвідувальному буровому обладнанні, а також під час буріння свердловин в нафто- газовій індустрії.

Структура роботи та її основний зміст. Представлена до розгляду дисертаційна робота складається із 6 розділів, чотири із яких присвячені саме створенню на базі C_{ALM} та cBN термостійких композитів інструментального призначення. Літературний огляд для C_{ALM} та cBN наведено окремо у 6-му та 1-му розділі. Перший розділ присвячено літературному пошуку та загальному опису для cBN -композитів, які вже існують на сьогоднішній день. Наведено основні відомості про кубічний нітрид бору, його діаграму стану, вказані основні активатори спікання, які використовують під час отримання інструментальної cBN -кераміки. Здійснено порівняльний аналіз для C_{ALM} та cBN -кераміки під час металообробки титанових сплавів. Показано, що матеріали BN -групи значно поступаються VL -композитам під час обробки легованих сталей та суперсплавів.

Другий розділ присвячено детальному опису НРНТ обладнання, яке використано для спікання C_{ALM} та cBN -композитів, наведено перелік вихідних мікропорошків, що задіяні в роботі, із зазначенням їх походження, також представлено методику приготування гомогенних сумішей. Фізичні методи дослідження та вивчення експлуатаційних характеристик із зазначенням місця проведення вимірів виділені у окремі підпункти.

Наукове завдання під час створення cBN -кераміки полягало у дослідженні впливу хімічної природи зв'язки та температури спікання на фазовий склад, мікроструктуру, фізико-технічні характеристики КМК, а також вивчення процесів формування твердих розчинів на основі нітридів та карбідів перехідних металів. Як було згодом з'ясовано, саме останнє є рушійною силою процесів консолідації ансамблю мікрочастинок у міцний керамо-матричний композит. В розділі 5 роботи показано, що вперше на основі результатів систематичних рентгенівських досліджень композитів cBN - $\{TiN, ZrN, HfN, VN, NbN\}$ - Al та cBN - $\{TiC, ZrC, HfC, VC, NbC\}$ - Al встановлено кристалічну структуру та механізми формування пересичених азотом розчинів $MeN_{1+\delta}$ та багатокомпонентних розчинів $(Me,Al)(C,N)$. Також під час виконання дисертаційного дослідження за умов НРНТ спікання для всіх без винятку cBN -композитів вперше продемонстровано бімодальний тип структури із збереженням вихідного розміру зерен як кубічного нітриду бору, так і зв'язки-наповнювача. Все це прямим чином впливає на експлуатаційні характеристики, а саме на параметр Rz (шорсткість оброблюваної поверхні). Вперше показано, що спікання КМК супроводжується хімічною взаємодією компонентів як за механізмом твердофазної взаємодії на стиках зерен, так і за участю рідкою фази (алюмінію) із формуванням в міжфазному просторі « cBN -наповнювач» відповідних боридів перехідних металів III–V груп Періодичної системи хімічних елементів, мікро(нано)скупчень $\alpha-Al_2O_3$, що доведено STEM-аналізом.

Термічна поведінка КМК на повітрі в роботі виділена в окремий пункт, як наукової новизни так і висновків, оскільки для даного класу матеріалів це

має принципове значення під час експлуатації в умовах високошвидкісної обробки загартованих сталей. Стійкість до окиснення значної частини кераміки визначається взаємодією кубічного нітриду бору із киснем повітря і слабо залежить від використаної зв'язки. Висновки, які представлені у 4 розділі, на наш погляд, є базовими та одними із основних, оскільки вказують саме на промислове впровадження отриманої кераміки; також в цьому розділі показано механізм створення багатокомпонентної керамічної матриці. Так, в результаті було створено першу в світі групу високоефективних ріжучих пластин групи *BL* в карбонітридних $\text{cBN-TiC-VN(ZrN)-Al}$ та оксонітридних $\text{cBN-NbN(VN, HfN)-Al}_2\text{O}_3\text{-Al}$ системах. Під час високошвидкісного (420 м/хв) точіння нікелевого суперсплаву Inconel 718 та конструкційної загартованої сталі Caldie (Uddeholm AB) було продемонстровано значну перевагу (до 80 %) отриманих КМК над альтернативними матеріалами світових корпорацій, а за своєю ефективністю новостворені матеріали здатні замінити відомі комерційні продукти, наприклад, такі, що випускаються фірмою Element SiX, UK під торговою маркою CBN100.

Загалом, створені у роботі cBN матеріали успішно застосовуються для високошвидкісної фінішної обробки загартованих до 62 HRC нержавіючих та високолегованих Cr, V, Mn сталей по типу: AISI 316 L, Uddeholm Vanadis Extra, Caldie (Uddeholm AB), та Ni-суперсплаву Inconel 718. А композити, спечені в системах cBN-TiC-ZrN-Al та cBN-TiC-VN-Al , також є ефективними під час обробки жароміцного сплаву на нікелевій основі ЖСБУ-ВИ, що підтверджено відповідними актами порівняльних випробувань.

Аналізуючи 6 розділ, де описана технологія створення термостійких $\text{C}_{\text{АЛМ}}$ -матеріалів, варто відмітити, що під час досягнення поставленої мети були задіяні однакові технологічні прийоми із cBN -керамікою, а активаторами спікання також виступали тугоплавкі сполуки перехідних металів III–V груп Періодичної системи хімічних елементів. Серед відмінностей даного напрямку роботи слід відзначити чітке розмежування спікання кубічного нітриду бору та $\text{C}_{\text{АЛМ}}$ -кераміки. Для здійснення останньої в роботі була спеціально розроблена особлива комірка високого тиску, яка здатна підтримувати сталий тиск в 9,5 ГПа, що є технологічним ноу-хау. Так, за умов в. до фазного спікання використання в якості зв'язки подвійного карбиду титану–вольфраму (Ti_4WC_5) мало на меті продемонструвати ефективність використання вакантних за вуглецем сполук як активаторів спікання алмазних мікропорошків. В той же час інші квазібінарні системи $\text{C}_{\text{АЛМ}}$ – подвійні карбіди: $\text{Nb}_{0.33}\text{Cr}_{0.66}\text{C}_{0.92}$, $\text{Ta}_{0.33}\text{Cr}_{0.66}\text{C}_{0.92}$, $\text{Mn}_{0.33}\text{Nb}_{0.66}\text{C}_{0.92}$, $\text{V}_{0.33}\text{Cr}_{0.66}\text{C}_{0.92}$ довели ефективність даного підходу, оскільки сформовані в них алмазовмісні композити є в. до фазного ми ($E = 800\text{--}900$ ГПа) керамічними продуктами інструментального призначення із твердістю за Вікерсом 48–53 ГПа. За даними електронної мікроскопії в роботі вперше показано, що взаємодія між компонентами в системі носить переважно локальний характер зазвичай на стиках зерен, а загальна міцність кераміки досягається завдяки $\text{C}_{\text{АЛМ}}\text{-C}_{\text{АЛМ}}$, карбід-карбід та $\text{C}_{\text{АЛМ}}\text{-карбід}$ містковим сполученням, утвореними під час твердофазних дифузійних процесів. Розроблена в такий спосіб термостійка $\text{C}_{\text{АЛМ}}$ -кераміка,

як зазначається під час лабораторних випробувань, є ефективною за обробки мармуру високої щільності та під час стругання піщаника. Серед перспективних впроваджень слід відмітити буровий інструмент, де її можна використовувати в парі із двошаровими АТП як укріплюючий елемент бокової поверхні долота.

Уваги заслуговує використана в роботі методика просочення кремнієм шихти $S_{\text{АЛМ}}$. – подвійні карбіди, що на відміну від описаного твердофазного спікання, дозволила значно понизити p, T -умови в реакційній зоні та створити керамічні продукти із термостійкістю на повітрі 1250–1270 °С та твердістю за Вікерсом 55 ГПа. Даний факт відокремлено у науковій новизні та підтверджено відповідними ДТА-ТГ дослідженнями. Згідно даних рентгенофазового аналізу, розроблені композити є 3-х фазними та складаються із зерен $S_{\text{АЛМ}}$, відповідного подвійного карбіду у фактично незмінній формі та новоутвореного жароміцного β -SiC у кількості близько 17 % (за масою). Зерна подвійних карбідів не зазнають хімічних змін під час НРНТ спікання, і таким чином разом із фазою карбіду кремнію є наповнювачами $S_{\text{АЛМ}}$ -матриці, захищаючи останню від окиснення киснем повітря. Розроблена в такий спосіб кераміка за своєю ефективністю є прямим конкурентом таким світовим торговим маркам як Syndax3&PDC і може працювати із ними в парі під час буріння важких порід або обробки бутового каменю в кар'єрах.

Значної уваги в роботі заслуговують дослідження, які були спрямовані на створення двошарових пластин типу АТП із термостійким (870–900 °С) алмазозносним прошарком. Для цього під час НРНТ спікання було цілеспрямовано створено збіднений Со перехідний шар, який містить або подвійний карбід Ti_4WC_5 або $CoSi_2$, що суттєво вплинуло на експлуатаційні характеристики під час каменеобробки щільних порід. Так, модифіковані АТП мають при швидкості різання керну граніту 105 м/хв. знос ріжучої кромки у 1,68 рази менше від стандартної пластини АТП, отриманої в системі алмаз- $WC-Co$ без активуючих добавок. Спікання модифікованих в роботі АТП здійснюється за таких самих p, T -умов, як і звичайних пластин, що дозволяє використовувати стандартні розроблені методики техніки високого тиску.

Таким чином в роботі було показано, що надтверда кераміка, отримана під час НРНТ спікання алмазних мікропорошків із зв'язками на основі тугоплавких карбідів, має високі показники термостійкості, а також високі фізико-механічні характеристики, і є ефективною під час обробки щільних гранітів, обробки мармуру високої щільності, що може знайти своє застосування в геологорозвідувальному буровому обладнанні, а також під час буріння свердловин в нафтогазовій індустрії.

В роботі в додатках представлена технологічна інструкція, в якій докладно наведено схему створення надтвердої кераміки із покроковим зазначенням всіх стадій керамічного виробництва. Дана схема може бути використана під час реалізації техпроцесу на сучасних керамічних фабриках, де є в наявності НРНТ устаткування.

Ступінь обґрунтованості наукових положень, висновків та рекомендацій: заявлена наукова новизна, основні положення роботи та

висновки повною мірою підтверджуються отриманими результатами та обґрунтовані як в технологічному так і науковому сенсі.

Загальні висновки достатньо узагальнюють наведені науково-технічні результати, а основні положення докторської дисертації були заслухані на семінарах, наукових конференціях та знайшли відображення у промислових патентах на винахід і фахових публікаціях.

Представлені розробки та наукові засади із створення високопродуктивної інструментальної кераміки на базі кубічного нітриду бору та алмазу були використані та впроваджені під виконання міжнародного гранту Flintstone2020 та контрактів із корпораціями Sandvik mining and construction tools AB та компанією ElementSix на суми сотні тисяч доларів США.

Особиста участь здобувача в одержанні наукових результатів:

Наведені результати досліджень, що представлені в даній дисертаційній роботі виконані автором одноосібно, а також сумісно з іншими співробітниками ІНМ ім. В.М. Бакуля НАНУ. Серед співавторів є заслужені науковці із КНУ імені Тараса Шевченка (кафедра фізики металів, фізичного факультету), Інституту металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАНУ, Кафедри інженерної механіки Люндського університету (Швеція). НРНТ спікання, а також експерименти із визначення оптимальних p, T - параметрів отримання надтвердих композитів були проведені в ІНМ ім. В.М. Бакуля НАНУ при безпосередній участі здобувача. Автору представленої роботи безпосередньо належить постановка наукової проблеми та вибір методів атестації надтвердої кераміки. Також автором проведено обґрунтування, щодо вибору режимів високотемпературного спікання, типу зв'язок та здійснено аналіз фізико-механічних характеристик новостворених матеріалів. Спільно із науковим консультантом академіком НАН України Туркевичем В.З. було проведено попередні розрахунки фазових діаграм в подвійних системах за умов високих p, T - параметрів. Автор висловлює подяку ПП «Інструмент-сервіс» (м. Вінниця), ДП «Івченко прогрес» (м. Харків), компанії Element SiX, UK (Великобританія) та Кафедрі інженерної механіки Люндського університету (Швеція) за надану допомогу в реалізації всіх задумів даної роботи.

Публікації: Основні матеріали поданої дисертації викладено у 39 наукових публікаціях, серед яких 25 у провідних наукових фахових виданнях України та інших держав; 11-ть статей входять до міжнародних наукометричних баз даних із індексом Q1, Q2 та Q3. Результати роботи які мають практичне впровадження оформлені в вигляді 2 промислових патентів на винахід в країнах EU.

Статті, що входять до міжнародних наукометричних баз:

1. The Crystal Structure of Aluminium Diborides Synthesized under High Pressures and Temperatures / D.A. Stratiichuk, V.Z. Turkevich, N.N. Belyavina, M.A. Tonkoshkura, A.S. Osipov, and T.N. Belyaeva // Journal of Superhard Materials, 2012, Vol. 34, No. 5, pp. 299–304 (*Здобувач провів НРНТ експерименти із отримання боридів алюмінію, приймав участь в ідентифікуванні новостворених фаз*). doi: 10.3103/S1063457612050024

2. Thermodynamic Calculation of the Al-B System at Pressures to 8 GPa / V.Z. Turkevich, D.A. Stratiichuk, M.A. Tonkoshkura, and N.P. Bezhenar // Journal of Superhard Materials, 2014. Vol. 36. No. 6. pp. 437-439. (Здобувач провів порівняльний аналіз між фазами високого тиску отриманими під час експерименту та розрахованими за допомогою пакету програм ThermoCalc).doi: 10.3103/S1063457614060112
3. Thermodynamic calculation of the Phase Diagram of the Si-C System up to 8 GPa / V.Z. Turkevich, D.A. Stratiichuk, and D.V. Turkevich // Journal of Superhard Materials, 2016, Vol. 38, No. 2. pp. 145-147 (Здобувач провів порівняння між розрахунковими даними із утворення монокарбиду кремнію та виявленим SiC під час HPHT експериментів). doi: 10.3103/S106345761602009X
4. The Influence of VC–Al Additive on Wear Resistance of cBN-based Composites / K.V. Slipchenko, I.A. Petrusha, D.A. Stratiichuk, and V.Z. Turkevych // Journal of Superhard Materials, 2018, Vol. 40, No. 3, pp. 226–227. (Здобувач провів підготовку зразків до випробувань).doi: 10.3103/S1063457618030115
5. Sintering of cBN Based Materials with a TaC Binder for Cutting Tool Application / K. V. Slipchenko, D.A. Stratiichuk, V.Z. Turkevich, N.M. Belyavina, V.M. Bushlya, and J.-E. Stehl// Journal of Superhard Materials, 2020, Vol. 42, No. 2, pp. 51–57 (Здобувач провів HPHT експерименти та встановив взаємозв'язок між температурою спікання та фазовим складом отриманої кераміки). doi: 10.3103/S1063457620020112
6. Sintering of Superhard cBN-Based Materials with Ti_4WC_5 / D.A. Stratiichuk, K.V. Slipchenko, V.Z. Turkevich, N.M. Belyavina, V.M. Bushlya, and J.-E. Stahl // Journal of Superhard Materials, 2020, Vol. 42, No. 6, pp. 371–376. (Здобувач приймав участь у приготуванні комірки високого тиску, проведенні HPHT експериментів та здійснив аналіз фізико-технічних характеристик отриманих матеріалів). doi: 10.3103/S1063457620060118
7. Sintering of BN Based Composites with ZrC and Al under High Temperatures and Pressures / K.V. Slipchenko, D.A. Stratiichuk, V.Z. Turkevich, N.M. Bilyavyna, V.M. Bushlya, and J.-E. Stehl// Journal of Superhard Materials, 2020, Vol. 42, No. 4, pp. 229–234. (Здобувач дослідним шляхом встановив оптимальні p, T -параметри отримання надтвердої кераміки та здійснював підготовку зразків до випробувань). doi: 10.3103/S1063457620040103
8. Multicomponent binders for PcBN performance enhancement in cutting tool applications / K. Slipchenko, V. Bushlya, D. Stratiichuk, I. Petrusha, A. Can, V. Turkevich, Jan-Eric Stahl // Journal of the European Ceramic Society. – 2022. – Vol. 42. –P. 4513-4527. (Здобувач провів HPHT експерименти із отримання надтвердої кераміки та здійснював аналіз фізико-технічних даних). doi:/10.1016/j.jeurceramsoc.2022.04.022
9. Formation of Nanoscale (Ti,V)N Solid Solutions from Equimolar TiN/VN Blend at Mechanical Alloying or HPHT Sintering/N. Belyavina, O. Nakonechna, A. Kuryliuk, P. Kogutyuk, D. Stratiichuk, and V.Turkevich //Mater. Proc. 2023, 14, 16. (Здобувач приймав участь в підготовки зразків до XRD-досліджень та співставляв отримані кристалографічні данні із відомими в базах даних). <https://doi.org/10.3390/IOCN2023-14518>

10. Effect of HPHT Sintering on Crystal Structure of NbC and TaC Carbides in PcBN Composites of cBN-NbC-Al and cBN-TaC-Al Systems / N. Belyavina, D. Stratiichuk, A. Kuryliuk, V. Turkevich, O. Nakonechna, P. Kogutyuk, L. Stasuk // Journal of nano- and Electronic Physics. 2023, Vol. 15 No 3, 03030(4pp) (*Здобувач встановив залежність фазового складу cBN- композитів від їх р,Т- параметрів спікання*) [https://doi.org/10.21272/jnep.15\(3\).03030](https://doi.org/10.21272/jnep.15(3).03030)

11. Dynamic Tensile Strength Limit of BL-Group Ceramic Matrix Composites Synthesized in the cBN-Carbide-Al System // D. A. Stratiichuk, L. M. Devin, S. V. Richev, and V. Z. Turkevich // Journal of Superhard Materials, 2024, Vol. 46, No. 1, pp. 93–95. (*Здобувач приймав участь у підготовці зразків до випробувань та встановив оптимальні значення руйнівного навантаження*). <https://doi.org/10.3103/S106345762401009X>

Статті у фахових виданнях:

12. Пропитка аморфного бора расплавом кремнія в умовах високих давлень и температур / Д.А. Стратійчук // Доповіді Національної Академії Наук України. – 2011. – № 3. – с. 94–99.

13. Отримання надтвердих алмазних композитів та дослідження їх термостійкості методом диференційного термічного та термогравіметричного аналізу/ Д.А. Стратійчук, В.З. Туркевич // Доповіді Національної Академії Наук України. – 2019. – № 12. – с. 57-64. (*Здобувач провів підготовку зразків до проведення термічних експериментів та пояснив окисно-відновні процеси під час нагрівання композитів*). <https://doi.org/10.15407/dopovidi2019.12.057>

14. Отримання надтвердих композитів в системі C_{ALM} – SiB_4 -WC в умовах високих тисків та температур / Д.А. Стратійчук, В.З. Туркевич, В.М. Бушля // Доповіді Національної Академії Наук України. – 2019. – № 10. – с. 49-56. (*Здобувач провів експерименти в апараті високого тиску типу «тороїд» та отримав алмазовмісний надтвердий композит, пояснив природу хімічної взаємодії між вихідними компонентами*). <https://doi.org/10.15407/dopovidi2019.10.049>

15. Отримання надтвердих композитів групи VL в системі cBN(Al) - SiB_4 -WC в умовах високих р,Т- параметрів / Д.А. Стратійчук, В.З. Туркевич, В.М. Бушля, Я.-Е. Штоль, Н.М. Білявіна // Доповіді Національної Академії Наук України. – 2019. – № 8. – с. 52-58. (*Здобувач взяв участь в розробці складу вихідної шихти, підготував зразки до випробувань, пояснив хімічну взаємодію компонентів*). <https://doi.org/10.15407/dopovidi2019.08.052>

16. Створення керамоматричних композитів групи VL на основі cBN та жароміцних карбідів гафнію або молібдену / Д.А. Стратійчук, В.З. Туркевич, К.В. Сліпченко, В.М. Бушля // Доповіді Національної Академії Наук України. – 2020. – № 9. – с. 40-48. (*Здобувач провів високотемпературні експерименти, отримав надтверду кераміку та проаналізував результати XRD- аналізу*). <https://doi.org/10.15407/dopovidi2020.09.040>

17. Формування надтвердих композитів групи VL в системі cBN-TiC-WC-(Al) в умовах високих р,Т- параметрів / Д.А. Стратійчук, В.З. Туркевич, К.В. Сліпченко, В.М. Бушля // Доповіді Національної Академії Наук України. – 2020. – № 4. – с. 57-65. (*Здобувач запропонував фазовий склад вихідної шихти, здійснив отримання надтвердих композитів*).

<https://doi.org/10.15407/dopovidi2020.04.057>

18. Отримання надтвердих композитів інструментального призначення групи VL в системі cBN-NbC-Al в умовах високих р,Т- параметрів / Д.А. Стратійчук, В.З. Туркевич, В.М. Бушля, Н.М. Білявина // Доповіді Національної Академії Наук України. – 2020. – № 2. – с. 37-44. *(Здобувач аналізував фазовий склад керамічних матеріалів та визначав оптимальні температури спікання).*

<https://doi.org/10.15407/dopovidi2020.02.037>

19. Вплив температури спікання на фазовий склад та механічні властивості композитів на основі cBN з добавками сполук ванадію / К. В. Сліпченко, І. А. Петруша, В. З. Туркевич, Д. А. Стратійчук, В. М. Сліпченко, Н.М. Білявина, Д.В. Туркевич, В.М. Бушля, Я.-Е. Штоль // Металофізика, новітні технології. – 2019. – vol. 41. – No. 12. – с. 1599–1610. *(Здобувач проаналізував залежність твердості та модуля Юнга від термобаричних умов в комірці високого тиску).* <https://doi.org/10.15407/mfint.41.12.1599>

20. Особливості кристалічної структури нітриду титану в композиті cBN—TiN—Al, спеченому при високих тиску і температурі / Н.М. Білявина, Д.А. Стратійчук, О.І. Наконечна, Т.Г. Авраменко, А.М. Курилюк, В.З. Туркевич // Доповіді Національної Академії Наук України. – 2022. – № 2. – с. 58-66. *(Здобувач здійснював НРНТ експерименти та підготував зразки до XRD-досліджень).* <https://doi.org/10.15407/dopovidi2022.02.058>

21. Вплив спікання в умовах високих температур і тиску та механохімічного синтезу на кристалічну структуру монокарбідів TiC, ZrC, HfC / Білявина Н.М., Туркевич В.З., Курилюк А.М., Стратійчук Д.А., Наконечна О.І., Когутюк П.П., Стасюк Л.П. // Доповіді Національної Академії Наук України. – 2023. – № 3. – с. 40-48. *(Здобувач провів НРНТ експерименти та вказав оптимальний температурний інтервал формування високоміцної кераміки)*

<https://doi.org/10.15407/dopovidi2023.03.040>

22. Кобальт, як екологічно небезпечна складова надтвердих матеріалів. Можливі шляхи вирішення проблеми / В.З. Туркевич, Д.А. Стратійчук // Екологічні науки. – 2019. – № 1(24). – с. 19–22. *(Здобувач розробив спосіб отримання алмазовмісного матеріалу із високими фізико-технічними характеристиками, описав структурну модель кераміки).*

<https://doi.org/10.32846/2306-9716-2019-1-24-2-4>

23. Спікання, фізико-технічні характеристики та ДТА-ТГ аналіз карбидовмісних композитів отриманих в системах cBN-MeC_x-(Al) де Me- Ti, Zr, V, Cr, Ta / Д.А. Стратійчук, В.З. Туркевич, К.В. Сліпченко, Ю.О. Мельнійчук, Д.В. Туркевич // Інструментальне матеріалознавство. – 2020. – Вып. 23. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, – с. 194-203. *(Здобувач здійснив твердофазні НРНТ експерименти, підготував зразки для DSC аналізу та зробив оцінку термостійкості керамічних матеріалів).*

<https://doi.org/10.33839/2708-731X-23-1-194-203>

24. Особливості спікання та дослідження методами ДТА-ТГ аналізу композитів отриманих в системах cBN-MeSi₂-(Al) де Me- V, Cr, Mo, W / Д.А. Стратійчук, В.З. Туркевич, К.В. Сліпченко, Ю.О. Мельнійчук, Д.В. Туркевич // Інструментальне матеріалознавство. – 2021. – Вып. 24. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, – с. 278-288. *(Здобувач здійснив НРНТ спікання в*

дисиліцидних системах та підготував дослідні зразки, провів аналіз даних DSC). <https://doi.org/10.33839/2708-731X-24-1-278-288>

25. Formation of Nitrogen Supersaturated (Nitrogen-Rich) MeN Nitrides at Thermobaric Sintering of PcBN Composites of cBN-{TiN, ZrN, HfN, VN, NbN}-Al Systems / N. Belyavina, V. Turkevich, A. Kuryliuk, D. Stratiichuk, O. Nakonechna // Journal of nano- and Electronic Physics. 2024, Vol. 16 No 2, 02013(7pp) (Здобувач встановив залежність фазового складу cBN- композитів від їх p, T - параметрів спікання)

[https://doi.org/10.21272/jnep.16\(2\).02013](https://doi.org/10.21272/jnep.16(2).02013)

Промислові патенти на винахід:

1. UK (Великобританія) Patent No. GB 2591316 A “Sintered polycrystalline cubic boron nitride material” / A. Can, X. Zhang, V. Bushlya, D. Stratiichuk, A. Osipov, I. Petrusha, V. Turkevich, K. Slipchenko – Filed: 10.09.2020; Published: 28.07.2021. (Здобувач приймав участь в розробці методики спікання керамо-матричних композитів VL-групи).

2. UK (Великобританія) Patent, A. Can, X. Zhang, V. Bushlya, F.Lenrick, V. Turkevich, I. Petrusha, D. Stratiichuk, et.al. N 2591616, Polycrystalline cubic boron nitride material Publ. 04.08.2021. (Здобувач здійснював порівняльний аналіз експлуатаційних характеристик cBN-матеріалів, приймав участь в отриманні керамічних зразків).

Апробація результатів роботи. Дисертаційна робота Стратійчука Д.А. в 2023 р доповідалась та була схвалена на засіданні Вченої ради ІПМ ім. І.М. Францевича НАН України, на розширеному науковому семінарі навчально-наукового інституту матеріалознавства та зварювання КПІ ім. Ігоря Сікорського, на науковому семінарі Інституту електрозварювання імені Є.О. Патона НАН України та у 2024 р на науковому семінарі ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України.

Робота доповідалась на 8 профільних конференціях серед яких як вітчизняні так і зарубіжні. Наукові праці в яких висвітлено основні матеріали дисертації оформлено із дотримання вимог академічної доброчесності, а наукова новизна, висновки та практична цінність належать особисто автору або виконані разом із кадровими співробітниками ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України чи членами інших академічних організацій. Серед головних слід зазначити: КНУ імені Тараса Шевченка (кафедра фізики металів фізичного факультету), Інституту металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАНУ, Кафедри інженерної механіки Лундського університету (Швеція). НРНТ експерименти здійснено в ІНМ ім. В.М. Бакуля НАНУ за безпосередньої участі здобувача.

Рекомендації стосовно подальшого розвитку науково-технічних досліджень та впровадження отриманих результатів

Отримані під час виконання дисертації положення рекомендуються для використання в якості базових технологій отримання надтвердої cBN, або алмазовмісної надтвердої кераміки інструментального призначення яка здатна працювати в умовах високошвидкісної обробки легованих сталей та щільних порід зокрема граніту та мармуру.

ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України рекомендується в планах загальноінститутської тематики, а також закордонних грантів і договорів, продовжити роботи із оптимізації хімічного складу зв'язок, умов НРНТ спікання високо-наповнених композитів, а також розробці нових методик

консолідації ультра-твердих фаз (сBN та алмаз), що дозволить створити високоєфективний інструмент для сучасної оброблювальної промисловості.

Підводячи висновки, вважаємо, що за рівнем науково-технологічних досліджень, наукової новизни, практичної значимості, академічної добросовісності та достовірності викладеного матеріалу представлена дисертаційна робота Стратійчука Д. А. «Наукові засади створення термостійких надтвердих композитів інструментального призначення із зв'язками на основі тугоплавких сполук перехідних металів» відповідає встановленим вимогам ДАК України пп. 9,10 «Порядку присудження наукових ступенів», затвердженого Постановою Кабінету Міністрів України № 567 від 24.07.2013 р., щодо докторських дисертацій, а її автор заслуговує на присудження наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – Матеріалознавство.

Наукові рецензенти
ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України,

Провідний науковий співробітник, доктор технічних наук
за спеціальністю 05.02.01 – Матеріалознавство
старший науковий співробітник

Ігор ФЕСЕНКО

Провідний науковий співробітник, доктор технічних наук
за спеціальністю 05.02.01 – Матеріалознавство
старший науковий співробітник

Оксана КАЙДАШ

Завідувач відділу, доктор технічних наук
за спеціальністю 05.02.01 – Матеріалознавство
старший науковий співробітник

Валентин ЛИСАКОВСЬКИЙ

Підписи Ігоря ФЕСЕНКО, Оксани КАЙДАШ, Валентина ЛИСАКОВСЬКОГО
ЗАСВІДЧУЮ:

Вчений секретар
ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України
к.т.н., старший дослідник



Володимир СМОКВИНА