






**Received:** 21.07.2023  
**Revised:** 21.09.2023  
**Accepted:** 20.10.2023  
**DOI:** 10.17804/2410-9908.2023.5.015-030

## STUDYING THE PLASTIC DEFORMABILITY OF A Ni–Fe–Cr–Ti–B–C COMPOSITE

N. B. Pugacheva<sup>1, 2, a)</sup>, D. I. Vichuzhanin<sup>1, b), \*</sup>, T. M. Bykova<sup>1, 2, c)</sup>, and I. S. Kamantsev<sup>1, d)</sup>

<sup>1</sup>*Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,  
34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, 620049, Russia*

<sup>2</sup>*Yeltsin UrFU, 19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, Russia*

- a)  <https://orcid.org/0000-0001-8015-8120>  [nat@imach.uran.ru](mailto:nat@imach.uran.ru);  
b)  <https://orcid.org/0000-0002-6508-6859>  [mmm@imach.uran.ru](mailto:mmm@imach.uran.ru);  
c)  <https://orcid.org/0000-0002-8888-6410>  [tatiana\\_8801@mail.ru](mailto:tatiana_8801@mail.ru);  
d)  <https://orcid.org/0000-0003-0775-4043>  [trophyland@mail.ru](mailto:trophyland@mail.ru)

\*Corresponding author. E-mail: [mmm@imach.uran.ru](mailto:mmm@imach.uran.ru)

Address for correspondence: 34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, 620049, Russia  
Tel.: +7 (343) 362-3023; fax: +7 (343) 374-5330

The paper studies changes in the structural state of a Ni–Fe–Cr–Ti–B–C composite after hot plastic deformation. The matrix of the composite consists of a mechanical mixture of two solid solutions: austenite and ferrite. Titanium carbide and diboride particles resulting from self-propagating high-temperature synthesis (SHS) are the strengthening phases. Additional strengthening is provided by carbide Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> and intermetallic Ni<sub>3</sub>Ti particles formed in austenite during cooling. The constituent with a ferrite matrix, which is a mixture of  $\alpha$ -(Cr,Fe) + TiB<sub>2</sub> + TiC + Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, is shown to have the highest ductility. The strongest constituent of the composite is represented by regions with an austenitic matrix and the most abundant TiB<sub>2</sub> particles. These regions are characterized by the highest hardness, elastic modulus, elastic recovery Re and wear resistance ratio  $H_{IT}/E$ . The hardness of the composite is 58 HRC. For plastic deformation of the composite, it is proposed to perform hot rolling at a heating temperature of 1000 °C under all-round compression. To do this, a composite specimen is pressed into a 10 mm steel shell, with 6 mm steel plates welded on top and from below. True plastic strain  $\varepsilon = 0.6$  is achieved under these conditions. EBSD analysis testifies that the deformation is implemented due to dynamic polygonization and recrystallization of the austenitic and ferritic grains of the composite matrix. Dynamic recrystallization prevails in the austenitic grains, whereas dynamic polygonization predominates in the ferritic ones.

**Keywords:** self-propagating high-temperature synthesis, composite, matrix, microstructure, microindentation, rolling, plastic deformation, dynamic recrystallization, dynamic polygonization

### Acknowledgment

*The equipment of the Plastometriya shared research facilities at the Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, was used in the research. The study was carried out under the state assignment for the Institute of Engineering Science, UB RAS.*

### References

1. Merzhanov, A.G. *Tverdoplamennoe Gorenje* [Solid-Flame Combustion: Monograph]. ISMAN Publ., Chernogolovka, 2000. (In Russian).
2. Amosov, A.P., Borovinskaya, I.P., and Merzhanov, A.G. *Poroshkovaya Tekhnologiya Samorasprostranyayushchegosya Vysokotemperaturnogo Sinteza Materialov: Uchebnoe Posobie*



- [Powder Technology of Self-Propagating High-Temperature Synthesis of Materials: Textbook]. Mashinostroenie–1 Publ., Moscow, 2007, 566 p. (In Russian).
3. Kim, J.S., Dudina, D.V., Kim, J.C., Kwon, Y.S., Park, J.J., and Rhee, C.K. Properties of Cu-based nanocomposites produced by mechanically-activated self-propagating high-temperature synthesis and spark-plasma sintering. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 2010, 10, 252–257. DOI: 10.1166/jnn.2010.1523.
  4. Hoang, O. N. T., Hoang, V. N., Kim, J. S., and Dudina, D. V. Structural investigations of Ti–Cu nanocomposites prepared by ball milling and spark plasma sintering. *Metals*, 2017, 7 (4), 123. DOI: 10.3390/met7040123.
  5. Nikolin, B.V., Matevosyan, M.B., Kochugov, S.P., and Pugacheva, N.B. Method of producing multilayer wear-resistant plate. Patent RF 2680489. (In Russian).
  6. Pugacheva, N.B., Nikolin, Yu.V., Malygina, I.Yu., and Trushina, E.B. Formation of the structure of Fe–Ni–Ti–C–B composites under self-propagating high-temperature synthesis. *AIP Conference Proceedings*, 2018, 2053, 020013. DOI: 10.1063/1.5084359.
  7. Pugacheva, N.B., Nikolin, Yu.V., and Senaeva, E.I. The structure and wear resistance of a Ti–Ni–Fe–C–B composite. *AIP Conference Proceedings*, 2019, 2176, 020007. DOI: 10.1063/1.5135119.
  8. Pugacheva N.B., Nikolin Yu.V., Bykova T.M., and Senaeva E.I. Influence of the chemical composition of the matrix on the structure and properties of monolithic SHS composites. *Obrabotka Metallov (Tekhnologiya, Oborudovanie, Instrumenty)*, 2021, 23 (3), 124–138. DOI: 10.17212/1994-6309-2021-23.3-124-138. (In Russian).
  9. Kvanin, V.L., Balikhina, N.T., and Borovinskaya, I.P. Press-mold and facility for producing the large hard alloy articles by the method of forced self-propagation high-temperature compacting. *Kuznechno-Shtampovochnoe Proizvodstvo. Obrabotka Materialov Davleniem*, 1992, 5, 14–19. (In Russian).
  10. Stolin, A.M., Bazhin, P.M., Alymov, M.I., and Mikheev, M.V. Self-propagating high-temperature synthesis of titanium carbide powder under pressure–shear conditions. *Inorganic Materials*, 2018, 54, 521–527. DOI: 10.1134/S0020168518060146.
  11. Stolin, A.M. and Bazhin, P.M. Manufacture of multipurpose composite and ceramic materials in the combustion regime and high-temperature deformation (SHS extrusion). *Theoretical Foundations of Chemical Engineering*, 2014, 48 (6), 751–763. DOI: 10.1134/S0040579514060104.
  12. Pugacheva, N.B., Kruchkov, D.I., Nesterenko, A.V., Smirnov, S.V., and Shveykin, V.P. Studying the short-term high-temperature creep in the Al–6Zn–2.5Mg–2Cu/10SiCp aluminum matrix composite. *Physics of Metals and Metallography*, 2021, 122 (8), 782–788. DOI: 10.1134/S0031918X21080111.
  13. Kruchkov, D.I., Nesterenko, A.V., Smirnov, S.V., Pugacheva, N.B., Vichuzhanin, D.I., and Bykova, T.M. Influence of all-round forging under short-term creep conditions on the structure and mechanical properties of the Al7075/10SiCp composite with an aluminum matrix. *The Physics of Metals and Metallography*, 2021, 122 (10), 981–990. DOI: 10.1134/S0031918X21100069.
  14. Volkov, A.Yu., Kalonov, A.A., and Komkova, D.A. Effect of annealing on the structure, mechanical and electrical properties of Cu/Mg-composite wires. *Materials Characterization*, 2022, 183, 111606. DOI: 10.1016/j.matchar.2021.111606.
  15. Volkov, A.Yu., Antonov, B.D., Patrakov, E.I., Volkova, E.G., Komkova, D.A., Kalonov, A.A., and Glukhov, A.V. Abnormally high strength and low electrical resistivity of the deformed Cu/Mg–composite with a big number of Mg-filaments. *Materials & Design*, 2020, 185, 108276. DOI: 10.1016/j.matdes.2019.108276.
  16. Pugacheva, N., Kryuchkov, D., Bykova, T., and Vichuzhanin, D. Studying the plastic deformation of Cu–Ti–C–B composites in a favorable stress state. *Materials*, 2023, 16 (8), 3204. DOI: 10.3390/ma16083204.
  17. Huang, K. and Logé, R.E. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. *Materials & Design*, 2016, 111, 548–574. DOI: 10.1016/j.matdes.2016.09.012.



18. Zhu, J., Liu, S., Yuan, X., and Liu, Q. Comparing the through-thickness gradient of the deformed and recrystallized microstructure in tantalum with unidirectional and clock rolling. *Materials*, 2019, 12 (1), 169. DOI: 10.3390/ma12010169.
19. GOST P 8.748 – 2011 (ISO 14577–1: 2002). Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Available at: <https://docs.cntd.ru/document/1200095901>
20. Petrzhik, M.I. and Levashov, E.A. Modern methods for investigating functional surfaces of advanced materials by mechanical contact testing. *Crystallography Reports*, 2007, 52, 966–974. DOI: 10.1134/S1063774507060065.
21. Cheng, Y.-T. and Cheng, C.-M. Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation. *Applied Physics Letters*, 1998, 73 (5), 614–616. DOI: 10.1063/1.121873.
22. Mayrhofer, P.H., Mitterer, C., and Musil, J. Structure-property relationships in single- and dual-phase nanocrystalline hard coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2003, 174–175, 725–731. DOI: 10.1016/S0257-8972(03)00576-0.
23. Makarov, A.V., Korshunov, L.G., Malygina, I.Yu., and Osintseva, A.L. Effect of laser quenching and subsequent heat treatment on the structure and wear resistance of a cemented steel 20KhN3A. *The Physics of Metals and Metallography*, 2007, 103, 507–518. DOI: 10.1134/S0031918X07050110.
24. Makarov, A.V., Gorkunov, E.S., Kogan, L.Kh., Malygina, I.Yu., and Osintseva, A.L. Eddy-current testing of the structure, hardness and abrasive wear resistance of laser-hardened and subsequently tempered high-strength cast iron. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2015, 6, 90–103. DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.090-103. Available at: [http://dream-journal.org/issues/2015-6/2015-6\\_66.html](http://dream-journal.org/issues/2015-6/2015-6_66.html)
25. Salikhyanov, D., Kamantsev, I., and Michurov, N. Technological shells in rolling processes of thin sheets from hard-to-deform materials. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2023. DOI: 10.1007/s11665-023-07834-4.
26. Goldschmidt, H.I. *Splavy Vnedreniya*. T. 1 [Interstitial alloys: in Two Volumes. Vol. 1]. Mir Publ., Moscow, 1971, 424 p. (In Russian).











Подана в журнал: 21.07.2023  
УДК 669.017.16:536.02:536.4:536.6  
DOI: 10.17804/2410-9908.2023.5.015-030

## ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМИРУЕМОСТИ КОМПОЗИТА СИСТЕМЫ Ni–Fe–Cr–Ti–B–C

Н. Б. Пугачева<sup>1, 2, а)</sup>, Д. И. Вичужанин<sup>1, б)</sup>, \*, Т. М. Быкова<sup>1, 2, в)</sup>, И. С. Каманцев<sup>1, г)</sup>

<sup>1</sup>Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт машиноведения имени Э. С. Горкунова УрО РАН,  
ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, 620049, Россия

<sup>2</sup>Уральский федеральный университет имени первого президента России Б. Н. Ельцина,  
ул. Мира, 19, г. Екатеринбург, 620002, Россия

а)  <https://orcid.org/0000-0001-8015-8120>  [nat@imach.uran.ru](mailto:nat@imach.uran.ru);  
б)  <https://orcid.org/0000-0002-6508-6859>  [mmm@imach.uran.ru](mailto:mmm@imach.uran.ru);  
в)  <https://orcid.org/0000-0002-8888-6410>  [tatiana\\_8801@mail.ru](mailto:tatiana_8801@mail.ru);  
г)  <https://orcid.org/0000-0003-0775-4043>  [trophyland@mail.ru](mailto:trophyland@mail.ru)

\*Ответственный автор. Электронная почта: [mmm@imach.uran.ru](mailto:mmm@imach.uran.ru)  
Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, Россия  
Тел.: +7 (343) 362–30–43; факс: +7 (343) 374–53–30

Исследованы изменения структурного состояния СВС-композита системы Ni–Fe–Cr–Ti–B–C после горячей пластической деформации. Матрица композита представляет собой механическую смесь двух твердых растворов: аустенита и феррита. Упрочняющими фазами являются частицы карбида и диборида титана, образовавшиеся в результате самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. Дополнительное упрочнение обеспечивают частицы карбида  $Cr_{23}C_6$  и интерметаллида  $Ni_3Ti$ , образующиеся при охлаждении в аустените. Показано, что максимальной пластичностью обладает структурная составляющая с ферритной матрицей, представляющая собой механическую смесь  $\alpha-(Cr,Fe) + TiB_2 + TiC + Cr_{23}C_6$ . Наиболее прочной структурной составляющей композита являются области с аустенитной матрицей, содержащие наибольшее количество частиц  $TiB_2$  и характеризующиеся максимальными значениями твердости, модуля упругости, показателя упругого восстановления  $Re$  и условного показателя износостойкости  $H_{IT}/E$ . Твердость композита составила 58 HRC. Для осуществления пластической деформации композита предложено проводить горячую прокатку при температуре нагрева 1000 °С в условиях всестороннего сжатия. С этой целью образец композита запрессовывали в стальную оболочку толщиной 10 мм, а сверху и снизу приваривали стальные пластины толщиной 6 мм. В данных условиях реализована истинная пластическая деформация композита  $\epsilon = 0,6$ . По результатам EBSD-анализа установлено, что деформация происходит за счет динамической полигонизации и рекристаллизации аустенитных и ферритных зерен матрицы композита. При этом в аустенитных зернах преобладает динамическая рекристаллизация, а в ферритных – динамическая полигонизация.

**Ключевые слова:** самораспространяющийся высокотемпературный синтез, композит, матрица, микроструктура, микроиндентирование, прокатка, пластическая деформация, динамическая рекристаллизация, динамическая полигонизация

### 1. Введение

Использование метода самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) для получения монолитных композитов известно давно [1–4]. Недостатками таких композитов являются, во-первых, развитая внутренняя пористость, снижающая их проч-



ность, во-вторых, ограничение получения формы заготовки, задаваемой формой контейнера или оболочки [5, 6]. Для исправления первого недостатка используют горячее прессование заготовки, не успевшей остыть после завершения синтеза [6–8], или совмещение СВС с всесторонним прессованием [9]. Для получения композита с заданными размерами и формой предлагают применять метод СВС-экструзии [10, 11], когда композит непосредственно во время синтеза выдавливается в отверстие из пресс-формы. При этом форма и размеры отверстия задают форму и размеры заготовки или детали.

Следует отметить, что до сих пор мало исследованы процессы деформационной или деформационно-термической обработки монолитных СВС-композитов. Экспериментально установлено, что формирующиеся в результате СВС композиты отличаются повышенной твердостью, прочностью и износостойкостью [6–8]. Наличие значительного количества упрочняющих фаз, например TiC и TiB<sub>2</sub>, затрудняет пластическую деформацию таких композитов при комнатной температуре. Наибольшие перспективы в области пластической деформации имеют композиты с алюминиевой и медной матрицами. Так, в работах [12, 13] установлены условия практически неограниченной деформационной способности композитов с алюминиевой матрицей за счет протекания фазовых превращений в матрице при нагреве. В работах [14, 15] показано, что интенсивная пластическая деформация композитов Cu/Mg в сочетании с термической обработкой позволяет получать уникальные свойства за счет сочетания высокой электропроводности и прочности. Очевидно, что сочетание деформации и нагрева является единственным способом реализации пластической деформации твердых и износостойких СВС-композитов.

В работе [16] экспериментально определены температуры и давления, при которых СВС-композит с медной матрицей может пластически деформироваться без разрушения, претерпевая пластическую деформацию  $\varepsilon = 0,53$  при температуре 800 °С за счет динамической рекристаллизации медной матрицы. При этом предварительные исследования микромеханических свойств композита Cu–Ti–C–B, определенных по результатам кинетического микроиндентирования, позволили выявить наиболее пластичную структурную составляющую, за счет которой возможна реализация деформации. Условия развития динамической рекристаллизации подробно рассмотрены в работах [17, 18]. Пластическая деформируемость СВС-композитов с матрицами Fe–Ni или Fe–Cr, имеющими более высокие температуры плавления, а значит, и более высокие температуры рекристаллизации, до сих пор не исследованы. Отсутствуют данные по распределению микромеханических свойств между структурными составляющими этих композитов.

Цель работы заключалась в определении наиболее пластичной структурной составляющей композита Ni–Fe–Cr–Ti–C–B, которая способна обеспечить его пластическую деформацию  $\varepsilon \geq 0,5$ , а также в практической реализации пластической деформации композита без разрушения и установлении структурных условий протекания этого процесса.

## 2. Материалы и методы исследования

Композит системы Ni–Fe–Cr–Ti–B–C был получен методом СВС по методике, подробно описанной ранее в работах [5, 8, 16]. Для получения композита использовали следующие порошки: титана ПТМ-1 (размер частиц 5–15 мкм), карбида бора М20 (12–20 мкм), углерода технического П-804Т (1–4 мкм), железа ПЖРВ-3 (40–100 мкм), никеля ПНК-УТ3 (1–20 мкм), хрома ПХ1М (20–100 мкм). Матрицу композита формируют порошки Fe, Ni, Cr. Порошки Ti, C и B<sub>4</sub>C относятся к терморреагирующим компонентам (ТРК), их соотношение должно обеспечить полное протекание экзотермической реакции  $4\text{Ti} + \text{C} + \text{B}_4\text{C} \rightarrow 2\text{TiC} + 2\text{TiB}_2$ . Как было показано ранее [6], оптимальным с точки зрения получения минимальной пористости композита является содержание ТРК на уровне 30 масс. %.

Полученную порошковую смесь засыпали в стальной трубный контейнер из малоуглеродистой конструкционной стали (марки Ст3). Выполняли первичное компактирование



порошковой смеси с помощью специальной оснастки. Затем заготовку помещали в электрическую печь и нагревали до температуры начала экзотермических реакций (1030 °С). После окончания СВС горячую заготовку переносили в гидравлический пресс и компактировали с нагрузкой не менее 250 МПа для устранения внутренней пористости. В результате были получены сэндвич-пластины, внутри которых сформировался композит, а снаружи располагалась стальная оболочка, диффузионно связанная с композитом [6, 7, 16]. Образцы для исследований структуры и микромеханических свойств, а также последующей пластической деформации вырезали из центральной части сэндвич-пластин.

Структуру исследовали на сканирующем электронном микроскопе Tescan Vega II XMU с энергодисперсионной приставкой фирмы Oxford Instruments. EBSD-анализ осуществлен с помощью программного комплекса к приставке Oxford HKL Nordlys F+. Фазовый рентгеноструктурный анализ выполнен на рентгеновском дифрактометре Shimadzu в  $K\alpha$ -излучении хрома. Твердость по шкале HRC методом Роквелла измеряли на твердомере Qness 150 M по стандарту ISO 6508-86. Плотность определяли методом гидростатического взвешивания образцов на воздухе и в дистиллированной воде по формуле

$$\rho = \frac{m_1}{m_1 - m_2} \cdot \rho_{\text{в}}, \quad (1)$$

где  $m_1$  – масса образца на воздухе;  $m_2$  – масса образца в воде;  $\rho_{\text{в}}$  – плотность дистиллированной воды ( $\rho_{\text{в}} = 998 \text{ кг/м}^3$ ). Взвешивание проводили на аналитических весах Ohaus Pioneer PA 214. Погрешность составляла не более 0,2 % от измеряемой величины.

Инструментальное микроиндентирование проводили на измерительной системе Fischerscope HM2000 XYm по стандарту ISO 14577 при максимальной нагрузке на индентор Виккерса 0,980 Н, времени нагружения 20 с, выдержке при нагрузке 15 с и времени разгрузки 20 с [19]. Погрешность характеристик микротвердости и микроиндентирования по 10 измерениям рассчитывали с доверительной вероятностью  $p = 0,95$  [19, 20].

Определяли следующие показатели микромеханических свойств: микротвердость по шкале Мартенса (НМ), учитывающая не только пластическую, но и упругую деформацию, микротвердость по Виккерсу (HV), контактный модуль упругости ( $E^*$ ), значения твердости вдавливания при максимальной нагрузке ( $H_{\text{IT}}$ ). По измеренным характеристикам рассчитывали значение отношения твердости вдавливания к контактному модулю упругости  $H_{\text{IT}}/E^*$ , которое характеризует упругую деформацию (долю упругой деформации в общей деформации) и износостойкость [21–24]. Значения упругого восстановления  $Re$  рассчитывали по формуле

$$Re = \frac{h_{\text{max}} - h_{\text{p}}}{h_{\text{max}}} \cdot 100\%, \quad (2),$$

где  $h_{\text{p}}$  – остаточная глубина вдавливания индентора;  $h_{\text{max}}$  – максимальная глубина внедрения индентора, характеризующая склонность материала к формоизменению при постоянно действующей нагрузке (рис. 1).

Составляющую работы пластической деформации при индентировании рассчитывали по формуле

$$\varphi = (1 - W_e / W_t) \cdot 100 \%, \quad (3),$$

где  $W_e$  – работа упругой деформации при индентировании, освобождаемая при снятии приложенной нагрузки (площадь фигуры EBCD на рис. 1);  $W_t$  – значения полной механической работы при индентировании (площадь фигуры ABCD на рис. 1).

Ползучесть при индентировании  $C_{IT}$  характеризует склонность материала к формоизменению при постоянно действующей нагрузке, определяется длиной отрезка BC на рис. 1 и рассчитывается по формуле

$$C_{IT} = \frac{h_{max} - h_1}{h_1} \cdot 100\%, \quad (4)$$

где  $h_1$  – глубина внедрения индентора, соответствующая начальной точке горизонтального участка на кривой нагружения.

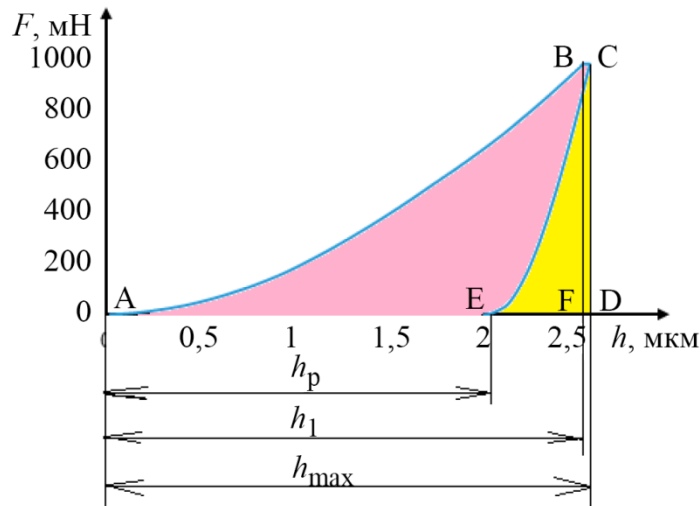


Рис. 1. Вид диаграммы нагружения и измеряемые параметры

Деформацию образца осуществляли на прокатном стане ДУО конструкции ЦНИИТ-МАШ. Начальные размеры образца композита составили  $10 \times 10 \times 55$  мм. Для того чтобы осуществить деформацию в условиях всестороннего сжатия, образец запрессовывали в оболочку из стали 45, толщина которой составила 10 мм (рис. 2 а). Сверху и снизу к оболочке приваривали стальные пластины толщиной 6 мм (рис. 2 б).

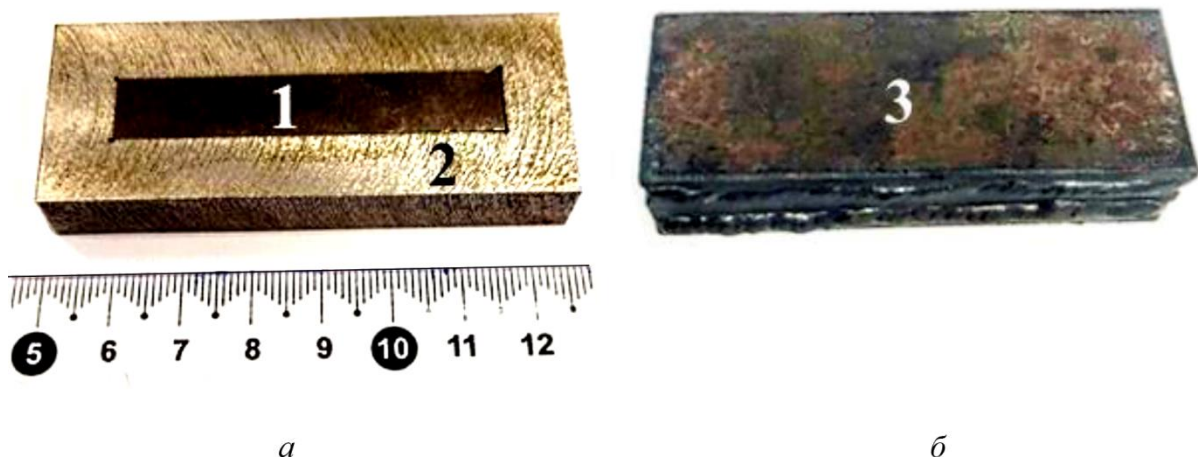


Рис. 2. Внешний вид запрессованного образца (а) и закрытой стальной оболочки (б):  
1 – композит Ni-Fe-Cr-Ti-B-C; 2 – стальная оболочка, в которую запрессован образец;  
3 – приваренные сверху и снизу стальные пластины

Исходная толщина образца в оболочке с приваренными пластинами составила 22 мм. Образец в стальной оболочке нагревали до температуры 1000 °С в печи электросопротивления и выдерживали в течение 40 мин, затем сразу же размещали в прокатном стане и деформировали в горячем состоянии в два прохода по методике, разработанной ранее [25]. Величина обжатия за каждый проход составляла 4 мм. Толщина оболочки менялась в последовательности 22→18→14 мм. Ниже представлен образец в оболочке после прокатки (рис. 3). После извлечения из оболочки толщина образца составила 5,46 мм.



Рис. 3. Внешний вид образца в оболочке после прокатки

Значение истинной деформации композита рассчитывали по формуле

$$\varepsilon = \ln(h_0/h_k), \quad (5)$$

где  $h_0$  – начальная высота образца;  $h_k$  – высота образца после прокатки.

### 3. Результаты и обсуждение

Исследованный композит состоит из металлической матрицы и частиц упрочняющих фаз. Средний химический состав композита был определен по результатам усреднения данных сканирования поверхности шлифа на десяти различных участках площадью  $2 \times 2$  мм и составил, масс. %: 26 Ni; 20 Fe; 11 Cr; 28 Ti; 8 В; 6 С. Матрица композита представляет собой два твердых раствора: феррит, легированный хромом (участок 1 на рис. 4 а), и аустенит, обогащенный никелем (участок 2 на рис. 4 а). Упрочняющими фазами, образовавшимися в результате СВС, являются частицы карбида и диборида титана, хаотично распределенные в ферритных и аустенитных зернах матрицы. Частицы диборида титана  $TiB_2$ , образовавшиеся при синтезе по реакции  $3Ti + B_4C \rightarrow TiC + 2TiB_2 + Q$ , неравномерно распределены по объему композита, тогда как частицы  $TiC$ , образовавшиеся главным образом в результате реакции  $Ti + C \rightarrow TiC + Q$ , расположены практически равномерно в двух твердых растворах (рис. 4 а). По данным рентгеноструктурного анализа, в композите обнаружено 6 фаз (рис. 4 б), которые формируют несколько структурных составляющих (рис. 4 б). Твердые растворы матрицы композита пересыщены легирующими элементами: аустенит – хромом, титаном и углеродом, а феррит – титаном и углеродом. Частицы карбида хрома  $Cr_23C_6$  выделяются по границам зерен аустенита, а тонкие прослойки, обогащенные хромом и углеродом, наблюдали и в феррите (отмечены стрелками на рис. 4 а).



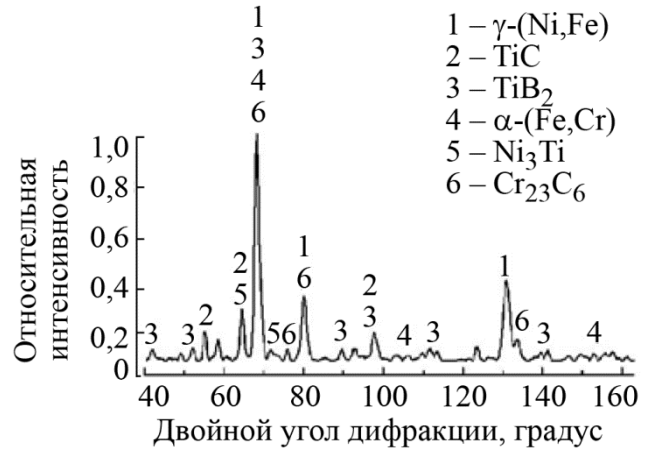
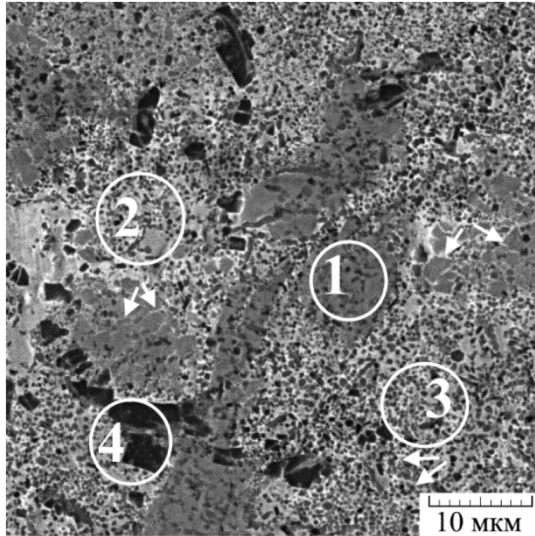


Рис. 4. Микроструктура (а) и фрагмент дифрактограммы (б) композита системы Ni–Fe–Cr–Ti–B–C: 1 – область феррита  $\alpha$ -(Fe,Cr), в которой расположены частицы TiB<sub>2</sub>, TiC, Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>; 2 – область аустенита  $\gamma$ -(Ni,Fe), в которой расположены частицы TiC, Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, Ni<sub>3</sub>Ti; 3 – механическая смесь  $\gamma$ -(Ni,Fe) + TiC; 4 –  $\gamma$ -(Ni,Fe) + TiB<sub>2</sub>; 4 – механическая смесь  $\gamma$ -(Ni,Fe) + TiB<sub>2</sub> + TiC + Ni<sub>3</sub>Ti с крупными частицами TiB<sub>2</sub>; стрелками указаны частицы Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>

Характер распределения химических элементов по сечению композита показан на рис. 5.

Таблица 1

Химический состав структурных составляющих композита, отмеченных на рис. 4 а, масс. %

№ участка анализа	B	C	Ti	Cr	Fe	Ni	Фазы
1	16	4	9	50	12	Остальное	$\alpha$ -(Cr,Fe) + TiB <sub>2</sub> + TiC + Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub>
2	5	8	25	9	22		$\gamma$ -(Ni,Fe) + TiC + Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> + Ni <sub>3</sub> Ti
3	7	8	29	8	18		$\gamma$ -(Ni,Fe) + TiC + TiB <sub>2</sub> + Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> + Ni <sub>3</sub> Ti
4	20	4	28	12	16		$\gamma$ -(Ni,Fe) + TiB <sub>2</sub> + TiC + Ni <sub>3</sub> Ti

При определении химического состава и микромеханических свойств композита в нем явно различаются четыре структурные составляющие, представляющие собой механические смеси нескольких фаз: 1 –  $\alpha$ -(Cr,Fe) + TiB<sub>2</sub> + TiC + Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>; 2 –  $\gamma$ -(Ni,Fe) + TiC + Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> + Ni<sub>3</sub>Ti; 3 –  $\gamma$ -(Ni,Fe) + TiC + TiB<sub>2</sub> + Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> + Ni<sub>3</sub>Ti; 4 –  $\gamma$ -(Ni,Fe) + TiB<sub>2</sub> + TiC + Ni<sub>3</sub>Ti. Области 2, 3 и 4 отличаются количественным соотношением упрочняющих фаз, определяющим различия химического состава (табл. 1) и микромеханических свойств (рис. 6 и табл. 2) этих структурных составляющих. Частицы интерметаллида Ni<sub>3</sub>Ti весьма сложно различить на металлографических изображениях. Вероятно, эти частицы гомогенно выделяются из пересыщенного титаном аустенита при охлаждении композита, и поэтому они должны присутствовать в структурных составляющих с аустенитом, обозначенных цифрами 2, 3 и 4.

Микроидентификация композита показало, что наиболее пластичной является структурная составляющая 1 с ферритной матрицей. Соответствующая кривая нагружения занимает крайнее правое положение в области максимальных глубин внедрения индентора (рис. 6).

В областях, обозначенных на рис. 4 *a* цифрой 2, содержится минимальное количество частиц TiC. Известно [26], что соединения TiC и TiB изоморфны и характеризуются полной взаимной растворимостью. Присутствие незначительного количества бора в структурной составляющей 2 обусловлено его растворением в соединении TiC. Структурная составляющая 2 более пластична по сравнению со структурными составляющими 3 и 4: соответствующая ей кривая нагружения расположена правее кривых 3 и 4 на диаграмме (рис. 6), а показатели  $h_{\max}$ ,  $\varphi$  и  $C_{IT}$  имеют большие значения (табл. 2).

Области 3 содержат небольшое количество частиц TiB<sub>2</sub>, которые по размерам, как правило, соизмеримы с частицами TiC, преобладающими в этой структуре составляющей. Поэтому содержание углерода и бора в ней примерно одинаково (табл. 1). В структурной составляющей 4 преобладают частицы TiB<sub>2</sub>, которые имеют размеры гораздо больше частиц TiC (см. рис. 4 *a*), поэтому содержание бора в ней максимально (табл. 1). Эта структурная составляющая характеризуется максимальными показателями прочности ( $H_{IT}$ , HV 0.1,  $E^*$ ,  $Re$ ,  $H_{IT}/E^*$ ,  $H_{IT}^3/E^{*2}$ ) и минимальными показателями  $h_{\max}$ ,  $\varphi$  и  $C_{IT}$ , характеризующими способность материала пластически деформироваться (табл. 2). Соответствующая кривая нагружения 4 расположена в крайнем левом положении в области минимальных глубин внедрения индентора на рис. 6.

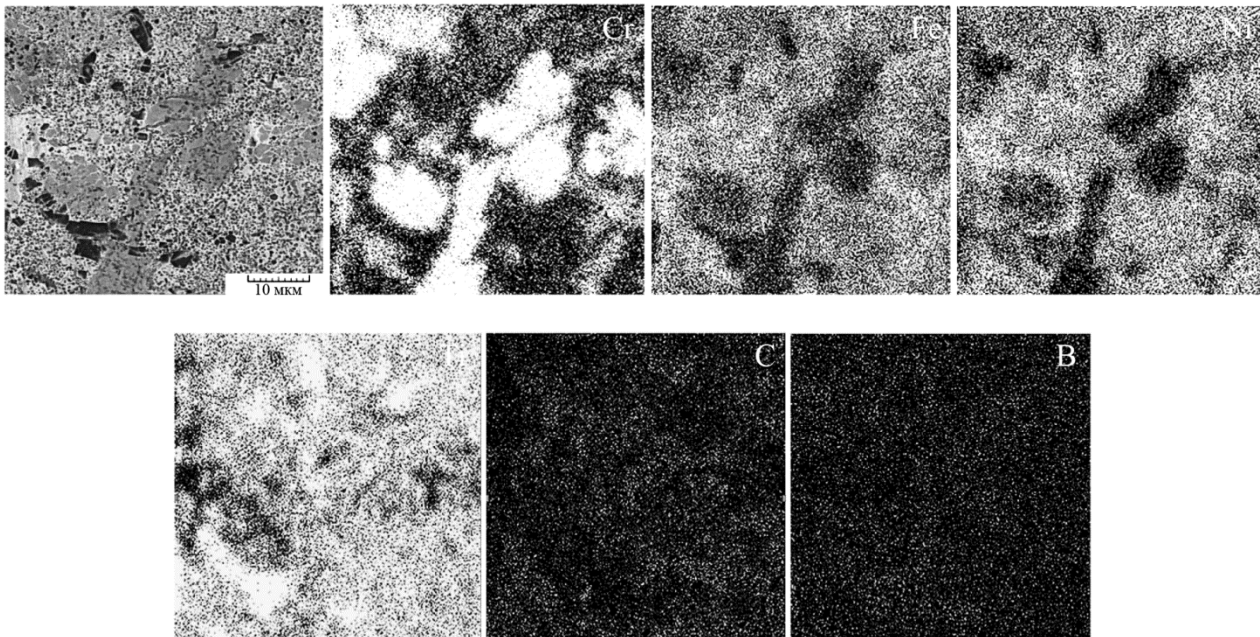


Рис. 5. Распределение элементов по сечению СВС-композита системы Ni–Fe–Cr–Ti–B–C на участке, показанном на рис. 4 *a*, в характеристическом рентгеновском излучении элементов

Исследованный композит достаточно плотный, зафиксированы единичные макропоры с максимальным размером 5 мкм, расположенные главным образом между частицами TiB<sub>2</sub> в их скоплениях. Плотность композита составила 6,9 г/см<sup>3</sup>, а твердость – 58 HRC.

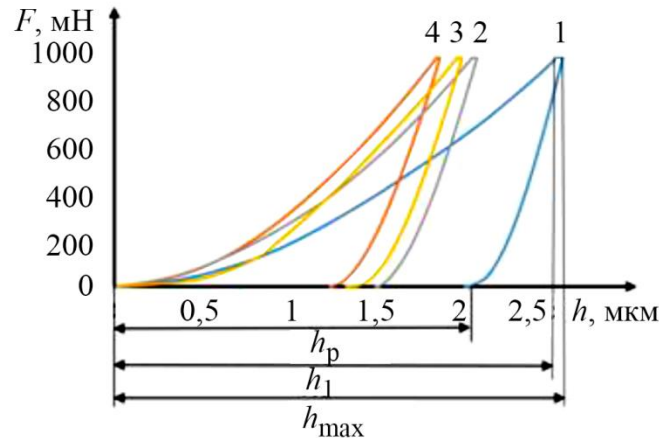


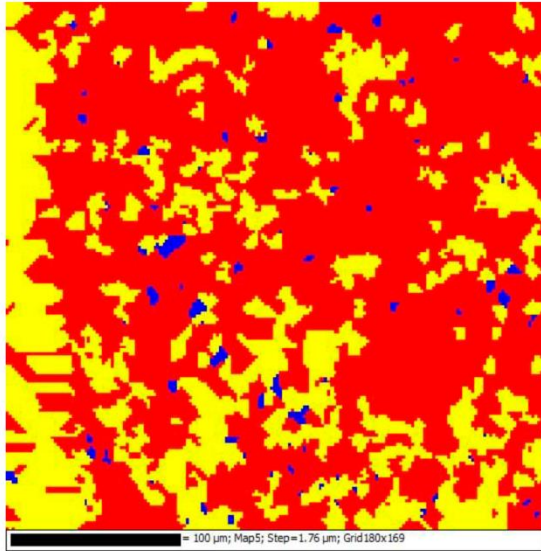
Рис. 6. Диаграммы нагружения структурных составляющих исследованного композита, отмеченных на рис. 4 а

Таблица 2

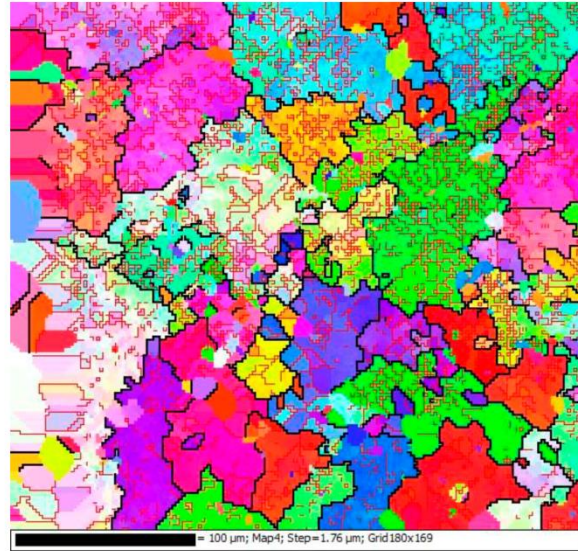
Результаты инструментального индентирования структурных составляющих композита, отмеченных на рис. 4 а

№ участка на рис. 4 а	$H_{IT}$ , ГПа ( $\pm 1$ )	HV 0,1 ( $\pm 5$ )	$E^*$ , ГПа ( $\pm 8$ )	$W_t$ , нДж ( $\pm 4$ )	$W_e$ , нДж ( $\pm 1$ )	$h_{max}$ , мкм ( $\pm 0,1$ )	$Re$ , %	$H_{IT}/E^*$	$\varphi$ , %	$C_{IT}$ , %
1	6	590	250	95	18	2,8	18,7	0,025	81	4,1
2	7,7	724	227	82	23	2,6	27,5	0,034	72	4,0
3	10	938	274	72	21	2,3	28	0,036	70	3,2
4	12	1200	302	63	22	2,0	32	0,042	65	1,0

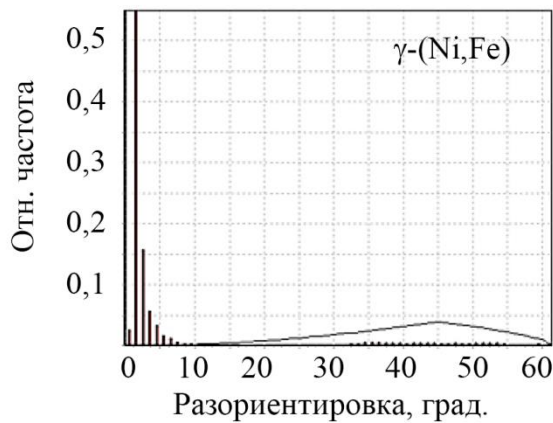
Как отмечено в работах [5–8, 16], сразу после завершения СВС композит подвергают горячему прессованию, пока температура заготовки не опускается ниже 1000 °С. Цель прессования – уплотнить композит, уменьшить количество пор. Во время горячего прессования в металлической матрице композита одновременно происходят рекристаллизационные и деформационные процессы, которые по-разному развиваются в двух твердых растворах матрицы композита. В аустените в большей степени развиваются деформационные процессы: по результатам EBSD-анализа, основу аустенитной составляющей матрицы композита занимают деформированные зерна (71 %), количество полигонизованных зерен (субструктура) составило 28 %, а доля рекристаллизованных зерен – всего 1 % (рис. 7 а), преобладают малоугловые границы (рис. 7 б, в). В ферритной составляющей матрицы в большей степени развиваются рекристаллизационные процессы: преобладает начальная стадия – полигонизация (80 % субструктурных зерен, 7 % рекристаллизованных зерен, и всего 13 % деформированных), преобладают большеугловые границы зерен (рис. 7 з). Средний размер зерен феррита примерно в 2 раза меньше зерен аустенита (рис. 7 д, е).



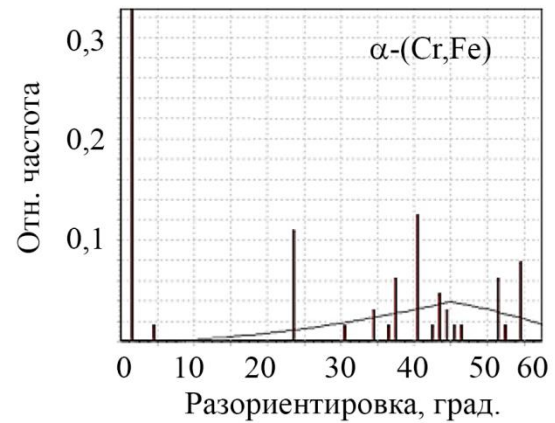
*a*



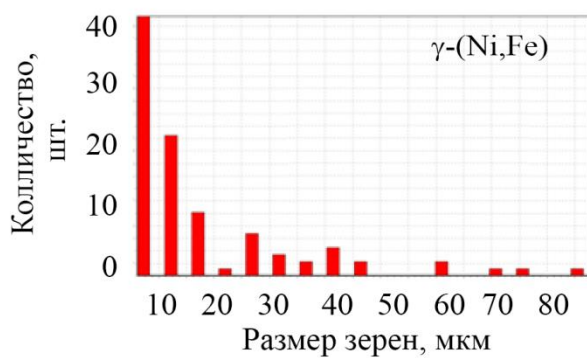
*б*



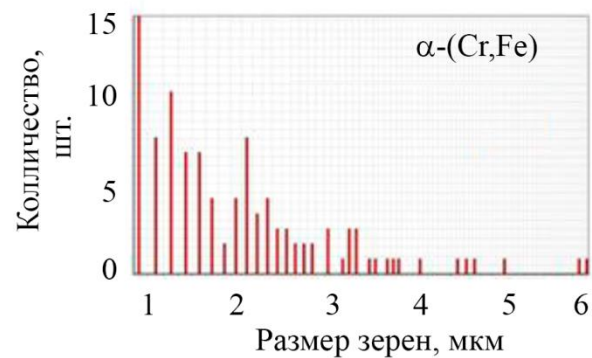
*в*



*з*



*д*



*е*

Рис. 7. Результаты EBSD-анализа композита системы Ni–Fe–Cr–Ti–B–C в исходном состоянии: *a* – карта рекристаллизации (красный цвет – деформированные зерна, желтый – субструктура, синий – рекристаллизованные зерна); *б* – карта разориентировок; *в* – распределение углов разориентировки межзеренных границ в аустените; *з* – распределение углов в феррите; *д* – распределение зерен аустенита по размерам; *е* – распределение зерен феррита по размерам

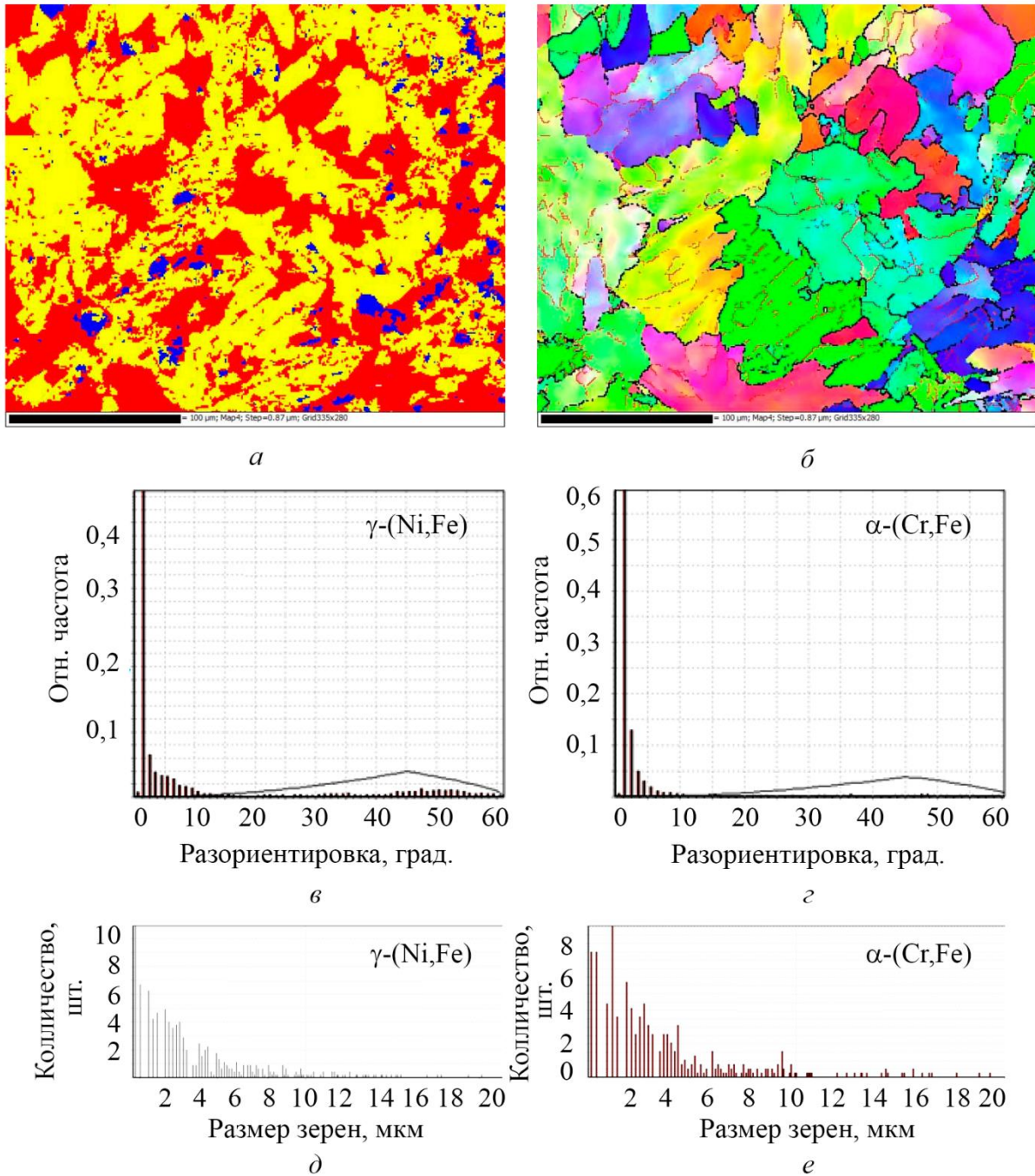


Рис. 8. Результаты EBSD-анализа композита системы Ni–Fe–Cr–Ti–B–C после деформационно-термической обработки: *a* – карта рекристаллизации (красный цвет – деформированные зерна, желтый – субструктура, синий – рекристаллизованные зерна); *б* – карта разориентировок; *в* – распределение углов разориентировок межзеренных границ в аустените; *г* – распределение углов в феррите; *д* – распределение зерен аустенита по размерам; *е* – распределение зерен феррита по размерам

После горячей прокатки композита в стальной оболочке была достигнута деформация  $\varepsilon = 0,6$ . При этом в феррите присутствует 48 % деформированных зерен и 48 % субструктуры, 4 % рекристаллизованных зерен, а в аустените – 92 % деформированных зерен, 5 % субзерен и 3 % рекристаллизованных. Очевидно, горячая деформация исследованного композита



та, характеризующегося высокой начальной твердостью, обеспечивается за счет появления рекристаллизованных зерен и субструктуры в твердых растворах матрицы, содержащих минимальное количество дислокаций. Наиболее активно пластическая деформация развивается в аустените, что обусловлено большим количеством плоскостей скольжения в ГЦК кристаллической решетке по сравнению с ОЦК решеткой. В структурной составляющей 1, т. е.  $\alpha\text{-(Cr,Fe)} + \text{TiB}_2 + \text{TiC} + \text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , в ходе горячей прокатки преобладает динамическая полигонизация, что также облегчает пластическую деформацию композита. Следует отметить, что в структурной составляющей 2 –  $\gamma\text{-(Ni,Fe)} + \text{TiC} + \text{Cr}_{23}\text{C}_6$  – упрочняющие частицы TiC имеют ГЦК кристаллическую решетку, в которой деформационные процессы легко развиваются в силу наличия большого числа плоскостей скольжения. Результаты электронно-микроскопических исследований карбида титана, выполненные ранее [26], показали формирование дислокационных петель в процессе деформации при высоких температурах, что доказывает способность этой фазы пластически деформироваться. Действительно, после прокатки композита Ni–Fe–Cr–Ti–B–C в карбидах титана зафиксировано 92 % деформированных зерен, 5 % субзерен и 3 % рекристаллизованных зерен.

Характер распределения углов разориентировок зерен аустенита практически не изменился после проведенной деформационно-термической обработки (рис. 8 в), тогда как для зерен феррита стали преобладать малоугловые границы (рис. 8 з). Размер зерен аустенита и феррита после деформационно-термической обработки стал одинаковым (рис. 8 д, е). Существенное измельчение аустенитного зерна свидетельствует о протекании динамической рекристаллизации при горячей прокатке.

#### 4. Заключение

Особенностью исследованного композита системы Ni–Cr–Ti–B–C является формирование в процессе СВС двух твердых растворов в матрице: аустенита  $\gamma\text{-(Ni,Fe)}$  и феррита  $\alpha\text{-(Cr,Fe)}$ . Упрочняющими фазами являются частицы карбида титана TiC и диборида титана  $\text{TiB}_2$ , образовавшиеся в результате экзотермических реакций между порошками титана, углерода и карбида бора  $\text{B}_4\text{C}$ . В процессе охлаждения пересыщенных твердых растворов аустенита и феррита в них выделились частицы карбида хрома  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  и интерметаллида  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ , которые дополнительно упрочнили композит. Твердость его составила 58 HRC, плотность –  $6,9 \text{ г/см}^3$ . В композите зафиксированы единичные мелкие поры (размерами не более 0,5 мм), чаще всего на участках скопления частиц  $\text{TiB}_2$ .

Результаты кинетического микроиндентирования показали, что наиболее мягкой структурной составляющей является механическая смесь  $\alpha\text{-(Cr,Fe)} + \text{TiB}_2 + \text{TiC} + \text{Cr}_{23}\text{C}_6$ . Из структурных составляющих с аустенитной матрицей наиболее пластична механическая смесь  $\gamma\text{-(Ni,Fe)} + \text{TiC} + \text{Cr}_{23}\text{C}_6 + \text{Ni}_3\text{Ti}$ . Максимальные показатели прочности характеризуют структурную составляющую с наибольшим количеством крупных частиц диборида титана.

Реализована пластическая деформация композита системы Ni–Fe–Ti–B–C без его разрушения путем прокатки предварительно нагретого до  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  композита в условиях всестороннего сжатия, которое обеспечивалось наружным стальным кожухом. EBSD-анализ композита в исходном состоянии и после горячей прокатки показал, что его деформация реализуется за счет динамической полигонизации и динамической рекристаллизации. Аустенит в большей мере подвержен деформации, чем феррит, поэтому при горячей прокатке в аустените активно происходит динамическая рекристаллизация, тогда как в феррите преобладает динамическая полигонизация.

#### Благодарность

*Работа выполнена на оборудовании ЦКП «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН в соответствии с государственным заданием ИМАШ УрО РАН.*



## Литература

1. Мержанов А. Г. Твердопламенное горение : монография. – Черногловка : ИСМАН, 2000. – 224 с.
2. Амосов А. П., Боровинская И. П., Мержанов А. Г. Порошковая технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза материалов. – Москва : Машиностроение-1, 2007. – 566 с.
3. Properties of Cu-based nanocomposites produced by mechanically-activated self-propagating high-temperature synthesis and spark-plasma sintering / J. S. Kim, D. V Dudina., J. C. Kim, Y. S. Kwon, J. J. Park, C. K. Rhee // Journal of Nanoscience and Nanotechnology. – 2010. – Vol. 10. – P. 252–257. – DOI: 10.1166/jnn.2010.1523.
4. Structural investigations of TiC–Cu nanocomposites prepared by ball milling and spark plasma sintering / O. N. T. Hoang, V. N. Hoang, J. S. Kim, D. V. Dudina // Metals. – 2017. – Vol. 7 (4). – P. 123. – DOI: 10.3390/met7040123.
5. Способ изготовления многослойной износостойкой пластины : пат. 2680489 Рос. Федерация / Николин Б. В., Матевосян М. Б., Кочугов С. П., Пугачева Н. Б. : приоритет от 10.11.2017 до 10.11.2037.
6. Formation of the structure of Fe-Ni-Ti-C-B composites under self-propagating high-temperature synthesis / N. B. Pugacheva, Yu. V. Nikolin, I. Yu. Malygina, E. B. Trushina // AIP Conference Proceedings. – 2018. – Vol. 2053. – P. 020013. – DOI: 10.1063/1.5084359.
7. Pugacheva N. B., Nikolin Yu. V., Senaeva E. I. The structure and wear resistance of a Ti-Ni-Fe-C-B composite // AIP Conference Proceedings. – 2019. – Vol. 2176. – P. 020007. – DOI: 10.1063/1.5135119.
8. Влияние химического состава матрицы на структуру и свойства монолитных СВС-композитов / Н. Б. Пугачева, Ю. В. Николин, Т. М. Быкова, Е. И. Сенаева // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2021. – Т. 23, № 3. – С. 124–138. – DOI: 10.17212/1994-6309-2021-23.3-124-138.
9. Кванин В. Л., Балихина Н. Т., Боровинская И. П. Пресс-форма и установка для получения крупногабаритных твердосплавных изделий методом силового СВС компактирования // КИШП. – 1992. – №. 5. – С. 14–19.
10. Self-propagating high-temperature synthesis of titanium carbide powder under pressure-shear conditions / A. M. Stolin, P. M. Bazhin, M. I. Alymov, M. V. Mikheev // Inorganic Materials. – 2018. – Vol. 54. – P. 521–527. – DOI: 10.1134/S0020168518060146.
11. Stolin A. M., Bazhin P. M. Manufacture of multipurpose composite and ceramic materials in the combustion regime and high-temperature deformation (SHS extrusion) // Theoretical Foundations of Chemical Engineering. – 2014. – Vol. 48, no. 6. – P. 751–763. – DOI: 10.1134/S0040579514060104.
12. Studying the short-term high-temperature creep in the Al–6Zn–2.5Mg–2Cu/10SiCp aluminum matrix composite / N. B. Pugacheva, D. I. Kruchkov, A. V. Nesterenko, S. V. Smirnov, V. P. Shveykin // Physics of Metals and Metallography. – 2021. – Vol. 122 (8). – P. 782–788. – DOI: 10.1134/S0031918X21080111.
13. Influence of all-round forging under short-term creep conditions on the structure and mechanical properties of the Al7075/10SiCp composite with an aluminum matrix / D. I. Kruchkov, A. V. Nesterenko, S. V. Smirnov, N. B. Pugacheva, D. I. Vichuzhanin, T. M. Bykova // The Physics of Metals and Metallography. – 2021. – Vol. 122 (10). – P. 981–990. – DOI: 10.1134/S0031918X21100069.
14. Effect of annealing on the structure, mechanical and electrical properties of Cu/Mg-composite wires / A. Yu. Volkov, A. A. Kalonov, D. A. Komkova // Materials Characterization. – 2022. – Vol. 183. – P. 111606. – DOI: 10.1016/j.matchar.2021.111606.
15. Abnormally high strength and low electrical resistivity of the deformed Cu/Mg-composite with a big number of Mg-filaments / A. Yu. Volkov, B. D. Antonov, E. I. Patrakov, E. G. Volkova,



- D. A. Komkova, A. A. Kalonov, A. V. Glukhov // *Materials & Design*. – 2020. – Vol. 185. – P. 108276. – DOI: [10.1016/j.matdes.2019.108276](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108276).
16. Studying the plastic deformation of Cu-Ti-C-B composites in a favorable stress state / N. Pugacheva, D. Kryuchkov, T. Bykova, D. Vichuzhanin // *Materials*. – 2023. – Vol. 16, iss. 8. – P. 3204. – DOI: [10.3390/ma16083204](https://doi.org/10.3390/ma16083204).
17. Huang K., Logé R. E. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials // *Materials & Design*. – 2016. – Vol. 111. – P. 548–574. – DOI: [10.1016/j.matdes.2016.09.012](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.09.012).
18. Comparing the through-thickness gradient of the deformed and recrystallized microstructure in tantalum with unidirectional and clock rolling / J. Zhu, S. Liu, X. Yuan, Q. Liu // *Materials*. – 2019. – Vol. 12, iss. 1. – P. 169. – DOI: [10.3390/ma12010169](https://doi.org/10.3390/ma12010169).
19. ГОСТ Р 8.748–2011 (ИСО 14577–1: 2002). Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. – М. : Стандартинформ, 2012. – 32 с.
20. Petrzhik M. I., Levashov E. A. Modern methods for investigating functional surfaces of advanced materials by mechanical contact testing // *Crystallography Reports*. – 2007. – Vol. 52. – P. 966–974. – DOI: [10.1134/S1063774507060065](https://doi.org/10.1134/S1063774507060065).
21. Cheng Y.-T., Cheng C.-M. Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation // *Applied Physics Letters*. – 1998. – Vol. 73, iss. 5. – P. 614–616. – DOI: [10.1063/1.121873](https://doi.org/10.1063/1.121873).
22. Mayrhofer P. H., Mitterer C., Musil J. Structure-property relationships in single- and dual-phase nanocrystalline hard coatings // *Surface and Coatings Technology*. – 2003. – Vols. 174–175. – P. 725–731. – DOI: [10.1016/S0257-8972\(03\)00576-0](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(03)00576-0).
23. Effect of laser quenching and subsequent heat treatment on the structure and wear resistance of a cemented steel 20KhN3A / A. V. Makarov, L. G. Korshunov, I. Yu. Malygina, A. L. Osintseva // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2007. – Vol. 103. – P. 507–518. – DOI: [10.1134/S0031918X07050110](https://doi.org/10.1134/S0031918X07050110).
24. Eddy-current testing of the structure, hardness and abrasive wear resistance of laser-hardened and subsequently tempered high-strength cast iron / A. V. Makarov, E. S. Gorkunov, L. Kh. Kogan, I. Yu. Malygina, A. L. Osintseva // *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*. – 2015. – Iss. 6. – P. 90–103. – DOI: [10.17804/2410-9908.2015.6.090-103](https://doi.org/10.17804/2410-9908.2015.6.090-103). – URL: [http://dream-journal.org/issues/2015-6/2015-6\\_66.html](http://dream-journal.org/issues/2015-6/2015-6_66.html)
25. Salikhyanov D., Kamantsev I., Michurov N. Technological shells in rolling processes of thin sheets from hard-to-deform materials // *Journal of Materials Engineering and Performance*. – 2023. – DOI: [10.1007/s11665-023-07834-4](https://doi.org/10.1007/s11665-023-07834-4).
26. Гольдшмидт Х. Дж. Сплавы внедрения : в двух томах. Том 1. – М. : Мир, 1971. – 424 с.