

# РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2863140

### СПОСОБ СИНТЕЗА МАТЕРИАЛОВ, СОДЕРЖАЩИХ БОРИДЫ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ IVB-VIB ГРУПП

Патентообладатель: *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II" (RU)*

Авторы: *Горланов Евгений Сергеевич (RU), Попов Григорий Геннадьевич (RU), Гонцуков Алдар Саналович (RU), Мозулев Олег Александрович (RU)*

Заявка № 2025120277

Приоритет изобретения **23 июля 2025 г.**

Дата государственной регистрации  
в Государственном реестре изобретений  
Российской Федерации **29 мая 2026 г.**

Срок действия исключительного права  
на изобретение истекает **23 июля 2045 г.**

*Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности*

*Ю.С. Зубов*





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C22C 1/058 (2026.01); B22F 3/23 (2026.01); C22C 29/14 (2026.01)

(21)(22) Заявка: 2025120277, 23.07.2025

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
23.07.2025

Дата регистрации:  
29.05.2026

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 23.07.2025

(45) Опубликовано: 29.05.2026 Бюл. № 16

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,  
ФГБОУ ВО "СПГУ", Патентно-лицензионный  
отдел

(72) Автор(ы):

Горланов Евгений Сергеевич (RU),  
Попов Григорий Геннадьевич (RU),  
Гонцуков Алдар Саналович (RU),  
Мозулев Олег Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего  
образования "Санкт-Петербургский горный  
университет императрицы Екатерины II"  
(RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: RU 2087262 C1, 20.08.1997. RU  
2723859 C1, 17.06.2020. RU 2831028 C1,  
28.11.2024. RU 2237617 C1, 10.10.2004. EP  
1715070 A1, 25.10.2006. US 5382405 A1,  
17.01.1995.

(54) СПОСОБ СИНТЕЗА МАТЕРИАЛОВ, СОДЕРЖАЩИХ БОРИДЫ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ  
IVB-VIB ГРУПП

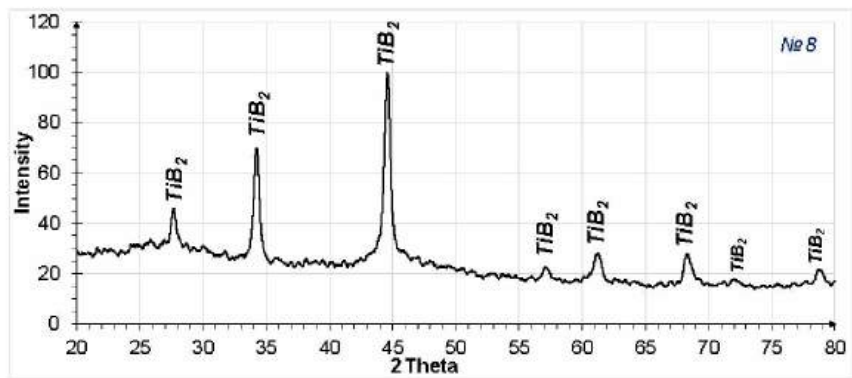
(57) Реферат:

Изобретение относится к порошковой металлургии, в частности к способам получения материалов, содержащих бориды тугоплавких металлов IVB-VIB групп в режиме твердофазного синтеза. Может использоваться в авиационной, станкостроительной, огнеупорной и обрабатывающей промышленности, в атомной энергетике, а также в черной и цветной металлургии в качестве коррозионноустойчивых, абразивных, жаростойких материалов и покрытий. Исходную реакционную смесь, содержащую в соотношении, близком к стехиометрическому, тугоплавкий металл IVB-VIB группы или его оксид и аморфный бор, или

тугоплавкий металл IVB-VIB группы, оксид бора и углерод, или оксид тугоплавкого металла IVB-VIB группы, аморфный бор и углерод, смешивают с флюсом. В качестве флюса используют оксид бора в массовом соотношении к исходной реакционной смеси от 0,10 до 0,40. После чего полученную смесь компактируют и проводят синтез при температуре от 1000 до 1050°C в воздушной атмосфере под слоем нефтяного кокса в течение не менее 2 часов. Обеспечивается упрощение процесса синтеза материалов, содержащих бориды тугоплавких металлов IVB-VIB групп. 12 ил., 1 табл.

RU 2 863 140 C1

RU 2 863 140 C1



Фиг. 5

RU 2863140 C1

RU 2863140 C1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*C22C 1/051* (2023.01)  
*B22F 3/23* (2006.01)  
*C22C 29/14* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC  
*C22C 1/058* (2026.01); *B22F 3/23* (2026.01); *C22C 29/14* (2026.01)

(21)(22) Application: **2025120277, 23.07.2025**

(24) Effective date for property rights:  
**23.07.2025**

Registration date:  
**29.05.2026**

Priority:

(22) Date of filing: **23.07.2025**

(45) Date of publication: **29.05.2026** Bull. № 16

Mail address:

**199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 liniya, 2, FGBOU  
VO "SPGU", Patentno-litsenzionnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Gorlanov Evgenii Sergeevich (RU),  
Popov Grigorii Gennadevich (RU),  
Gontsukov Aldar Sanalovich (RU),  
Mozulev Oleg Aleksandrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe biudzhethnoe  
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego  
obrazovaniia «Sankt-Peterburgskii gornyi  
universitet imperatritsy Ekateriny II» (RU)**

(54) **METHOD FOR SYNTHESIS OF MATERIALS CONTAINING BORIDES OF REFRACTORY METALS OF GROUPS IVB-VIB**

(57) Abstract:

FIELD: powder metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to methods for producing materials containing borides of refractory metals of groups IVB-VIB in a solid-phase synthesis mode. It can be used in the aviation, machine tool, refractory and manufacturing industries, in nuclear energy, as well as in ferrous and non-ferrous metallurgy as corrosion-resistant, abrasive, heat-resistant materials and coatings. The initial reaction mixture, containing in a ratio close to stoichiometric, a refractory metal of group IVB-VIB or its oxide and amorphous boron, or a refractory metal of group IVB-VIB, boron oxide and

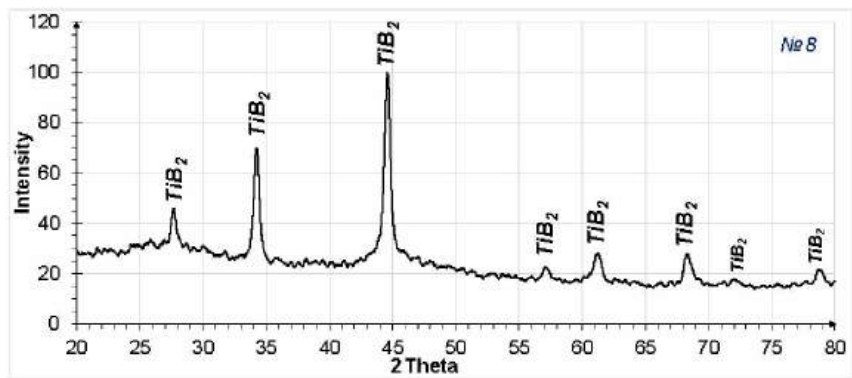
carbon, or an oxide of a refractory metal of group IVB-VIB, amorphous boron and carbon, is mixed with a flux. Boron oxide is used as a flux in a mass ratio to the initial reaction mixture from 0.10 to 0.40. After which the resulting mixture is compacted and synthesis is carried out at a temperature of 1000 to 1050°C in air atmosphere under a layer of petroleum coke for at least 2 hours.

EFFECT: simplified process of synthesis of materials containing borides of refractory metals of groups IVB-VIB.

1 cl, 12 dwg, 1 tbl

RU 2 863 140 C1

RU 2 863 140 C1



Фиг. 5

RU 2863140 C1

RU 2863140 C1

Изобретение относится к порошковой металлургии, в частности к способам получения материалов, содержащих бориды тугоплавких металлов IVB-VIB групп в режиме твердофазного синтеза, которые могут быть использованы в авиационной, станкостроительной, огнеупорной и обрабатывающей промышленности, в атомной энергетике, а также в черной и цветной металлургии в качестве коррозионностойких, абразивных, жаростойких материалов и покрытий. Применение этих соединений позволит создавать новые индивидуальные или композиционные материалы в консолидации между собой и углеродом с комплексом ценных эксплуатационных свойств.

Известен способ получения порошков боридов хрома (Авторское свидетельство СССР № 474504, опубл. 25.06.1975), включающий смешивание расчетных количеств порошков хлорида хрома, бора и магния в фарфоровой мельнице в течение 2 часов, прессование при давлении  $1 \text{ т/см}^2$  и нагревание смеси в реакторе с инертной атмосферой до  $650^\circ\text{C}$ . После прохождения экзотермической реакции восстановления с разогревом смеси до  $850\text{-}900^\circ\text{C}$  образовавшийся борид хрома отделяют от побочных продуктов реакции дистилляцией в вакууме  $10^{-2}\text{-}10^{-3}$  мм рт.ст. при температуре  $850\text{-}900^\circ\text{C}$ .

Недостатками способа являются необходимость осуществления синтеза в инертной атмосфере, а также необходимостью очистки получаемого продукта от примесей путем вакуумной дистилляции, что усложняет и удорожает синтез материалов.

Известен магнийтермический синтез боридов циркония (Патент US № 2004/0022712, опубл. 05.02.2004), который включает смешивание порошков хлорида циркония в диапазоне 20-25 мас. %, борной кислоты ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) в диапазоне 35-44 мас. % и мелкой стружки магния (Mg) в диапазоне 33-40 мас.% с последующим прессованием смеси, иницирование СВС-реакции дугой графитового электрода в инертной атмосфере и выщелачивание полученного продукта ( $\text{ZrB}_2$  и  $\text{MgO}$ ) 20% раствором фосфорной кислоты для получения боридов циркония чистотой 95%.

Указанный способ магнийтермического синтеза боридов металлов не позволяет получать мелкокристаллический порошок с бездефектной кристаллической решеткой. Причиной этого является высокая скорость процесса синтеза и охлаждения, а также наличие посторонних примесей. Кроме того, в продуктах синтеза частицы порошка находятся в виде спёка агломератов с примесями, что вызывает необходимость проведения выщелачивания и технологически усложняет процесс получения конечного продукта.

Известен способ получения порошка тугоплавкого соединения титана, преимущественно диборида титана (Авторское свидетельство СССР № 1708527, опубл. 30.01.1992), включающий нагрев стружки титановых сплавов на воздухе при  $850\text{-}900^\circ\text{C}$  до образования соединения  $\text{TiO}_{0,5}$ , выдержку при этой температуре 0,5-2 ч, измельчение охрупченного материала в вибрационной мельнице, смешение с порошком карбида бора, синтез в вакууме 10 Па при температуре не менее  $1800^\circ\text{C}$  с выдержкой не менее 0,5 часа. Полученный порошок диборида титана после размолва в вибромельнице имеет осколочную форму и следующий состав, мас. %: бор 31,0; углерод 0,05, кислород 0,09; титан - остальное.

Основным недостатком известного способа является необходимость осуществления синтеза в вакууме при высокой температуре. Кроме того, частичное окисление титановой стружки для охрупчивания материала уменьшает активность титана в реакционной смеси, вносит в систему кислород, что может снизить выход годного материала и его качество.

Известен способ синтеза диборида титана (Wu, KH., Wang, Y., Yu-Jiang et al. Low temperature synthesis of titanium diboride nanosheets by molten salt-assisted borothermal reduction of TiO<sub>2</sub>. J Nanopart Res 21, 103 (2019). <https://doi.org/10.1007/s11051-019-4560-z>), включающий боротермическое восстановление оксида титана в среде хлорида магния и проточной атмосфере аргона при температурах 800-1100°C в соответствии с реакцией  $3\text{TiO}_2 + 10\text{B} = 3\text{TiB}_2 + 2\text{B}_2\text{O}_3$ . При соотношении смесей  $\text{TiO}_2:\text{B} = 3:10$  и  $\text{MgCl}_2:\text{TiO}_2 = 1:1$  после выдержки при температуре 1100°C в течение 4 часов и тщательной отмывки продуктов синтеза был получен наноразмерный порошок диборида титана с пластинчатой структурой.

Недостатками известного решения является необходимость создания инертной атмосферы, а также повышенное количество хлорида магния для увеличения дисперсности продукта с необходимостью повышенного расхода воды для отмывки полученного спека от реагента.

Известен способ получения тонкодисперсных монокристаллических порошков диборидов металлов (Патент РФ № 2087262, опубл. 20.08.1997), принятый за прототип, включающий смешивание исходных порошков металлов с бором и соединением, регулирующим дисперсность целевого продукта, их брикетирование и воспламенение для синтеза в атмосфере аргона или азота при 860-1700°C по схеме  $\text{Ti} + 2\text{B} + \text{MeF} \rightarrow \text{TiB}_2 + \text{MeF}$ . Для получения дисперсного неагломерированного продукта после синтеза в режиме горения используют фториды лития, натрия или калия в количестве 0,81-1,96 молей на моль целевого продукта.

Основным недостатком известного решения является применение малоконтролируемого процесса высокотемпературного синтеза. Необходимость создания инертной атмосферы и ведение синтеза в режиме горения позволяет осуществлять способ только в ограниченных мелкосерийных масштабах. Кроме того, необходимость проведения выщелачивания труднорастворимых в воде фторидов щелочных металлов технологически усложняет процесс получения, требует использования азотной и плавиковой кислот и утилизации промывных растворов.

Техническим результатом является получение материалов, содержащих бориды тугоплавких металлов IVB-VIB групп.

Технический результат достигается тем, что используют исходную реакционную смесь, содержащую в соотношении, близком к стехиометрическому, тугоплавкий металл IVB-VIB группы или его оксид и аморфный бор, или тугоплавкий металл IVB-VIB группы, оксид бора и углерод, или оксид тугоплавкого металла IVB-VIB группы, аморфный бор и углерод, при этом в качестве флюса используют оксид бора в массовом соотношении к исходной реакционной смеси от 0,10 до 0,40, а синтез проводят при температуре от 1000 до 1050°C в воздушной атмосфере под слоем нефтяного кокса в течение не менее 2 часов.

Способ поясняется следующими фигурами.

Фиг. 1 - результаты рентгенофазового анализа (РФА) образцов, полученных в условиях примера №1;

Фиг. 2 - результаты РФА образцов, полученных в условиях примера №6;

Фиг. 3 - результаты РФА образцов, полученных в условиях примера №16;

Фиг. 4 - результаты РФА образцов, полученных в условиях примера №20;

Фиг. 5 - результаты РФА образцов, полученных в условиях примера №8;

Фиг. 6 - результаты РФА образцов, полученных в условиях примера №14;

Фиг. 7 - результаты РФА образцов, полученных в условиях примера №18;

Фиг. 8 - результаты РФА образцов, полученных в условиях примера №22;

Фиг. 9 - результаты РФА образцов, полученных в условиях примера №25;  
Фиг. 10 - результаты РФА образцов, полученных в условиях примера №28;  
Фиг. 11 - результаты РФА образцов, полученных в условиях примера №33;  
Фиг. 12 - результаты РФА образцов, полученных в условиях примера №35.

5 Способ осуществляется следующим образом.

К компонентам исходной реакционной смеси, а именно к смеси металлов IVB-VIB групп и аморфного бора; или металлов IVB-VIB групп, оксида бора и углерода; или оксидов металлов IVB-VIB групп и аморфного бора; или оксидов металлов IVB-VIB групп, аморфного бора и углерода, составленных в близких к стехиометрическим  
10 соотношениях, добавляют оксид бора в массовом соотношении от 0,10 до 0,40 к исходной реакционной смеси и смешивают в смесителе сухой шихты в течение не менее 15 минут. Полученную однородную смесь прессуют в глухую матрицу или в экструдере в виде «зеленых» изделий любой формы при давлении прессования от 15 до 30 МПа. Отпрессованные «зеленые» изделия подвергают термообработке-синтезу в печах обжига  
15 в воздушной атмосфере под слоем прокаленного нефтяного кокса с выдержкой в течение не менее 2 часов при температуре от 1000 до 1050°C. Реакции синтеза боридов тугоплавких металлов происходят в защитном слое жидкой фазы оксида бора, который по завершению процессов и окончанию выдержки полностью испаряется. В результате получают агломераты, которые измельчают в шаровой мельнице с получением  
20 порошков металлов IVB-VIB групп, а именно боридов титана, циркония, гафния, ванадия, ниобия, тантала, хрома, молибдена и вольфрама необходимых фракций.

Способ поясняется следующими примерами.

Осуществляли покомпонентную дозировку порошков сухой реакционной смеси и флюса в виде порошка оксида бора с последующим их перемешиванием в лабораторной  
25 шаровой мельнице в течение 15 минут (таблица 1). Полученную однородную смесь прессовали на статическом прессе в предварительно разогретой до 150°C глухой матрице при давлении от 15 до 20 МПа. Время выдержки под давлением прессования цилиндрических образцов не менее 5 минут до полного снятия остаточных напряжений в сформованной заготовке диаметром 3 см и высотой до 3 см. Брикетированные образцы  
30 помещались в корундовые тигли под слой прокаленного нефтяного кокса с последующим нагревом со скоростью 300 град/час до температуры синтеза 950°C, 1000°C, 1050°C и 1100°C с выдержкой в течение 1,5 и 2 часов.

В таблице 1 представлены результаты синтеза материалов, содержащих бориды титана. Фазовый состав продуктов синтеза свидетельствует о присутствии в материале  
35  $TiB_2$ ,  $Ti[B]_x$ , а также продуктов окисления боридов титана -  $TiBO_3$  и  $TiO_2$ . При соотношении флюса ( $B_2O_3$ ) к исходной реакционной смеси (R), то есть Флюс/R менее 0,1 в продуктах реакции появляются нежелательные продукты окисления боридов титана  $TiBO_3$ ,  $TiO_2$  и  $B_2O_3$ , как в примерах №1 (Фиг. 1), №6 (Фиг. 2) и №16 (Фиг. 3). При  
40 соотношении Флюс/R более 0,4 в продуктах реакции, помимо боридов титана присутствует избыточный оксид бора  $B_2O_3$  и не прореагировавший углерод, как в примере №20 (Фиг. 4). При соблюдении соотношения Флюс/R в пределах от 0,1 до 0,4 в составе продуктов синтеза присутствуют только бориды титана - стехиометрические типа  $TiB_2$  и не стехиометрические  $Ti[B]_x$ , как в примерах №8 (Фиг. 5), №14 (Фиг. 6) и  
45 №18 (Фиг. 7).

При соблюдении дозировки флюса в виде оксида бора в заявленном массовом соотношении от 0,10 до 0,40 к исходной реакционной смеси синтез производили при температурах 950°C и 1100°C в течение 2 часов. При температуре 950°C (ниже

заявленной, примеры №22 и №28) в составе продуктов в основном присутствуют промежуточные соединения синтеза - оксид  $TiO_2$  и борат титана  $TiBO_3$ , с незначительным содержанием диборида титана  $TiB_2$  и борида  $Ti[B]_x$  (Фиг. 8) и (Фиг. 9). При температуре  $1100^\circ C$  (выше заявленной, примеры №25 и №32) в составе продукта содержится конечное соединение синтеза диборид титана  $TiB_2$  и борид  $Ti[B]_x$ , но в основном присутствуют продукты окисления боридов титана - оксид  $TiO_2$  и борат титана  $TiBO_3$  (Фиг. 10) и (Фиг. 11).

При соблюдении дозировки флюса в виде оксида бора в заявленном массовом соотношении от 0,10 до 0,40 к исходной реакционной смеси синтез производили при заявленных температурах  $1000^\circ C$  и  $1050^\circ C$  в течение 1,5 часов. В составе конечных продуктов содержалось преобладающее количество целевого соединения диборида титана  $TiB_2$ , но с высоким содержанием промежуточных оксидов титана  $TiO_2$ , бората  $TiBO_3$  и оксикарида титана  $TiC_xO_{1-x}$  (Фиг. 12).

Предлагаемый способ синтеза материалов, содержащих бориды тугоплавких металлов IVB-VIB групп, технически более эффективен по сравнению с технологиями получения таких материалов при высоких температурах в условиях вакуума или инертной атмосферы. Исполнение предлагаемого способа простое, технологичное и позволяет осуществлять синтез боридов тугоплавких материалов в условиях действующего электродного или огнеупорного производства в воздушной атмосфере под слоем нефтяного кокса.

Таблица 1 - результаты синтеза материалов

№ примеров	Содержание компонентов, % мас.						Фазовый состав после синтеза	Температура синтеза, $^\circ C$	Время синтеза, ч	Реакции синтеза боридов	
	Реакционная смесь					Флюс					
	$TiO_2$	Бор аморф.	Титан металл.	$B_2O_3$	Нефтяной кокс	$B_2O_3$					$\frac{\text{Флюс}}{R}$
1	64,00	30,00				6,00	0,06	$TiO_2, TiBO_3$	1000	2	$TiO_2 + 10/3B = TiB_2 + 2/3B_2O_3$
2	62,00	28,00				10,00	0,10	$TiB_2$			
3	58,00	27,00				15,00	0,18	$TiB_2$			
4	48,00	24,00				28,00	0,40	$TiB_2$			
5	46,00	22,00				32,00	0,47	$TiB_2, B_2O_3, C$			
6	59,00	16,00			18,00	7,00	0,08	$TiBO_3, TiO_2, TiB_2$	1000	2	$TiO_2 + 2B + 2C \rightarrow TiB_2 + 2CO$
7	58,00	16,00			17,00	9,00	0,10	$TiB_2$			
8	54,00	14,50			15,50	16,00	0,19	$TiB_2$			
9	46,00	13,00			13,00	28,00	0,40	$TiB_2$			
10	45,00	12,00			13,00	30,00	0,43	$TiB_2, B_2O_3, C$	1000	2	$Ti + B_2O_3 + 3C \rightarrow TiB_2 + 3CO$
11			29,50	42,50	22,00	6,00	0,06	$TiO_2, TiBO_3$			
12			28,50	41,50	21,00	9,00	0,10	$TiB_2$			
13			26,50	38,00	19,50	16,00	0,19	$TiB_2$			
14			23,00	33,00	17,00	27,00	0,40	$TiB_2$			
15			22,00	32,00	16,00	30,00	0,43	$TiB_2, B_2O_3, C$	1050	2	$Ti + xB_2O_3 + 3xC \rightarrow Ti[B]_{2x} + 3xCO$
16			24,50	44,50	24,00	7,00	0,08	$Ti[B]_x, TiO_2, B_2O_3, C$			
17			24,00	44,00	22,00	10,00	0,10	$Ti[B]_x, C$			
18			21,50	39,50	21,00	18,00	0,22	$Ti[B]_x$			
19			20,00	35,00	18,00	27,00	0,40	$Ti[B]_x$			
20			18,00	33,00	17,00	32,00	0,47	$Ti[B]_x, TiB, B_2O_3,$			

								C				
	21	62,00	28,00				10,00	0,10	TiBO <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub>	950	2	TiO <sub>2</sub> + 10/3B = TiB <sub>2</sub> + 2/3B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	22	58,00	27,00				15,00	0,18	TiBO <sub>3</sub> , TiB <sub>2</sub>			
5	23	48,00	24,00				28,00	0,40	TiBO <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
	24	58,00	16,00			17,00	9,00	0,10	TiBO <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , C	1100	2	TiO <sub>2</sub> + 2B + 2C → TiB <sub>2</sub> + 2CO
	25	54,00	14,50			15,50	16,00	0,19	TiBO <sub>3</sub> , TiB <sub>2</sub>			
	26	46,00	13,00			13,00	28,00	0,40	TiBO <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , TiB <sub>2</sub>			
	27			28,50	41,50	21,00	9,00	0,10	TiBO <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub>	950	2	Ti + B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 3C → TiB <sub>2</sub> + 3CO
10	28			26,50	38,00	19,50	16,00	0,19	Ti[B] <sub>x</sub> , TiBO <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub>			
	29			23,00	33,00	17,00	27,00	0,40	TiBO <sub>3</sub> , TiB <sub>2</sub> , B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
	30			24,00	44,00	22,00	10,00	0,10	TiO <sub>2</sub> , B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1100	2	Ti + xB <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 3xC → Ti[B] <sub>2x</sub> + 3xCO
15	31			21,50	39,50	21,00	18,00	0,22	Ti[B] <sub>x</sub> , TiC <sub>x</sub> O <sub>1-x</sub> , TiO <sub>2</sub> , B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
	32			20,00	35,00	18,00	27,00	0,40	Ti[B] <sub>x</sub> , TiBO <sub>3</sub> , x, TiO <sub>2</sub>			
	33	58,00	16,00			17,00	9,00	0,10	TiBO <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> , TiB <sub>2</sub>	1000	1,5	TiO <sub>2</sub> + 2B + 2C → TiB <sub>2</sub> + 2CO
20	34	54,00	14,50			15,50	16,00	0,19	TiB <sub>2</sub> , TiBO <sub>3</sub> , TiC <sub>x</sub> O <sub>1-x</sub>			
	35	46,00	13,00			13,00	28,00	0,40	TiBO <sub>3</sub> , TiB <sub>2</sub> , B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , C			
	36			28,50	41,50	21,00	9,00	0,10	TiO <sub>2</sub> , B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1050	1,5	Ti + B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 3C → TiB <sub>2</sub> + 3CO
25	37			26,50	38,00	19,50	16,00	0,19	TiBO <sub>3</sub> , TiB <sub>2</sub> , B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
	38			23,00	33,00	17,00	27,00	0,40	TiBO <sub>3</sub> , TiB <sub>2</sub> , B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , C			

Примечание:

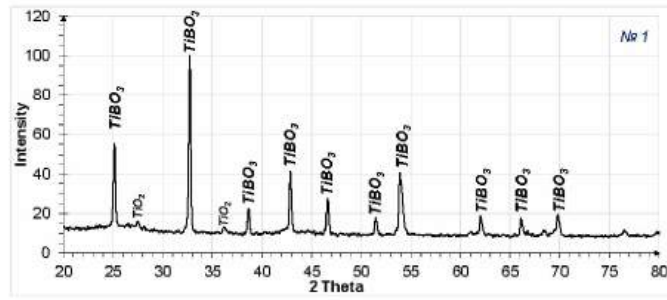
Состав присутствующих фаз в порошках после синтеза определялся рентгенофазовым анализом на приборе Shimadzu XRD-6000.

30

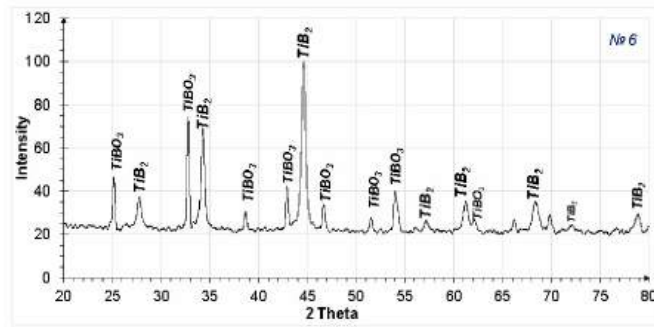
### (57) Формула изобретения

Способ синтеза материалов, содержащих борид тугоплавкого металла IVB-VIB группы, включающий смешивание исходной реакционной смеси и флюса, компактирование и нагрев до температуры синтеза, отличающийся тем, что используют исходную реакционную смесь, содержащую в соотношении, близком к стехиометрическому, тугоплавкий металл IVB-VIB группы или его оксид и аморфный бор, или тугоплавкий металл IVB-VIB группы, оксид бора и углерод, или оксид тугоплавкого металла IVB-VIB группы, аморфный бор и углерод, при этом в качестве флюса используют оксид бора в массовом соотношении к исходной реакционной смеси от 0,10 до 0,40, а синтез проводят при температуре от 1000 до 1050°C в воздушной атмосфере под слоем нефтяного кокса в течение не менее 2 часов.

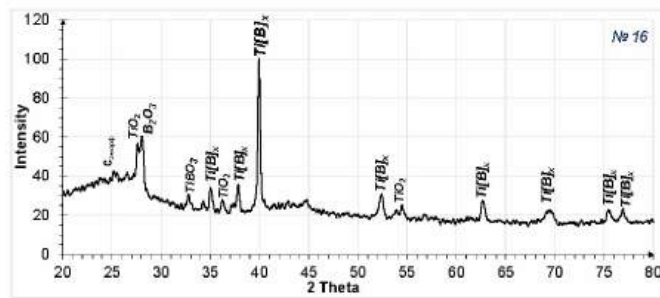
45



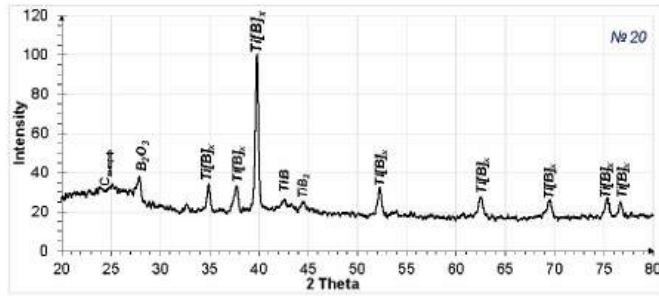
Фиг. 1



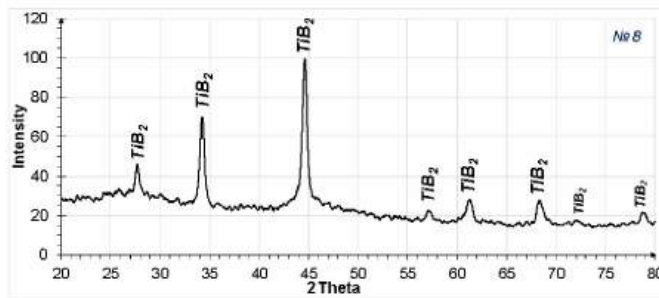
Фиг. 2



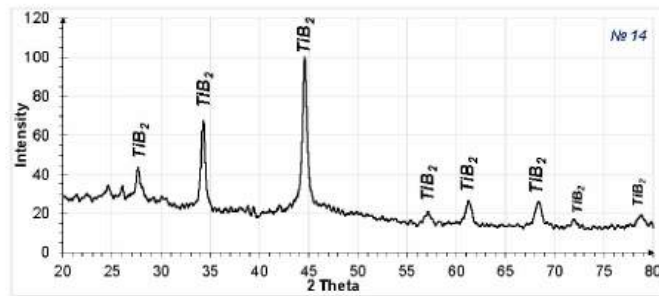
Фиг. 3



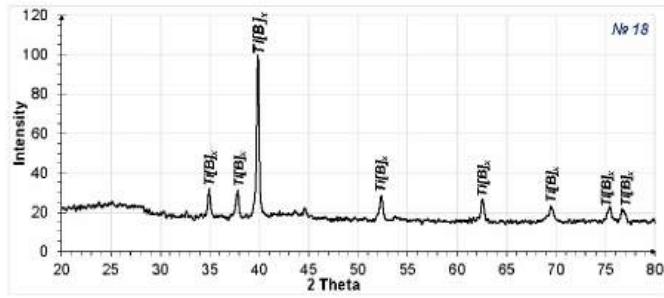
Фиг. 4



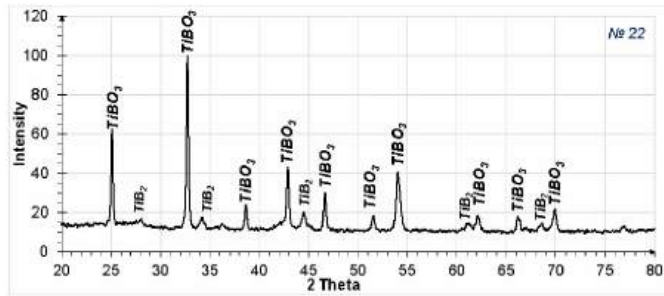
Фиг. 5



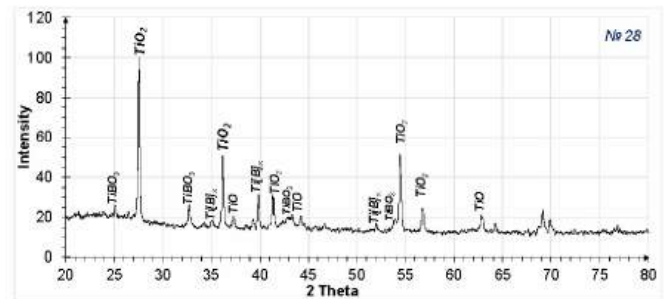
Фиг. 6



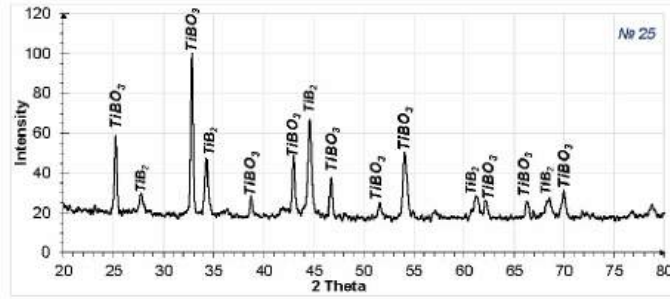
Фиг. 7



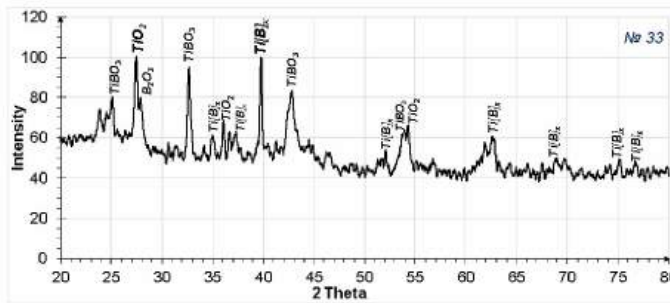
Фиг. 8



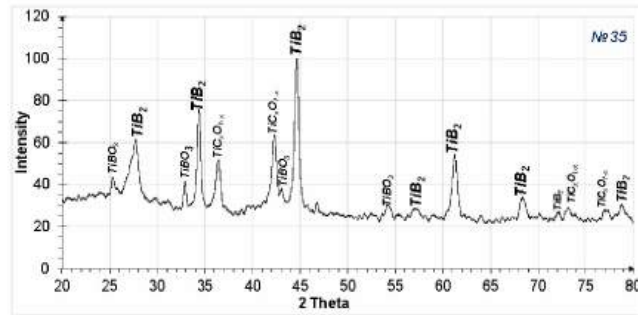
Фиг. 9



Фиг. 10



Фиг. 11



Фиг. 12