



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C22C 1/1036 (2025.08); C22C 30/00 (2025.08); C22C 1/10 (2025.08); C22F 1/18 (2025.08)

(21)(22) Заявка: 2025112900, 16.05.2025

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
16.05.2025Дата регистрации:  
20.02.2026

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 16.05.2025

(45) Опубликовано: 20.02.2026 Бюл. № 5

Адрес для переписки:

308015, г. Белгород, ул. Победы, 85, НИУ  
"БелГУ", Крылова Анна Сергеевна

(72) Автор(ы):

Озеров Максим Сергеевич (RU),  
Тагиров Дамир Вагизович (RU),  
Соколовский Виталий Сергеевич (RU),  
Поволяева Елизавета Андреевна (RU),  
Жеребцов Сергей Валерьевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего  
образования "Белгородский государственный  
национальный исследовательский  
университет" (НИУ "БелГУ") (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: RU 2813079 C1, 06.02.2024. RU  
2795128 C1, 28.04.2023. RU 2790708 C1,  
28.02.2023. US 6551371 B1, 22.04.2003. CN  
111155021 A, 15.05.2020. US 11173549 B2,  
16.11.2021.

(54) Способ повышения твердости металломатричного композита на основе среднеэнтропийного сплава

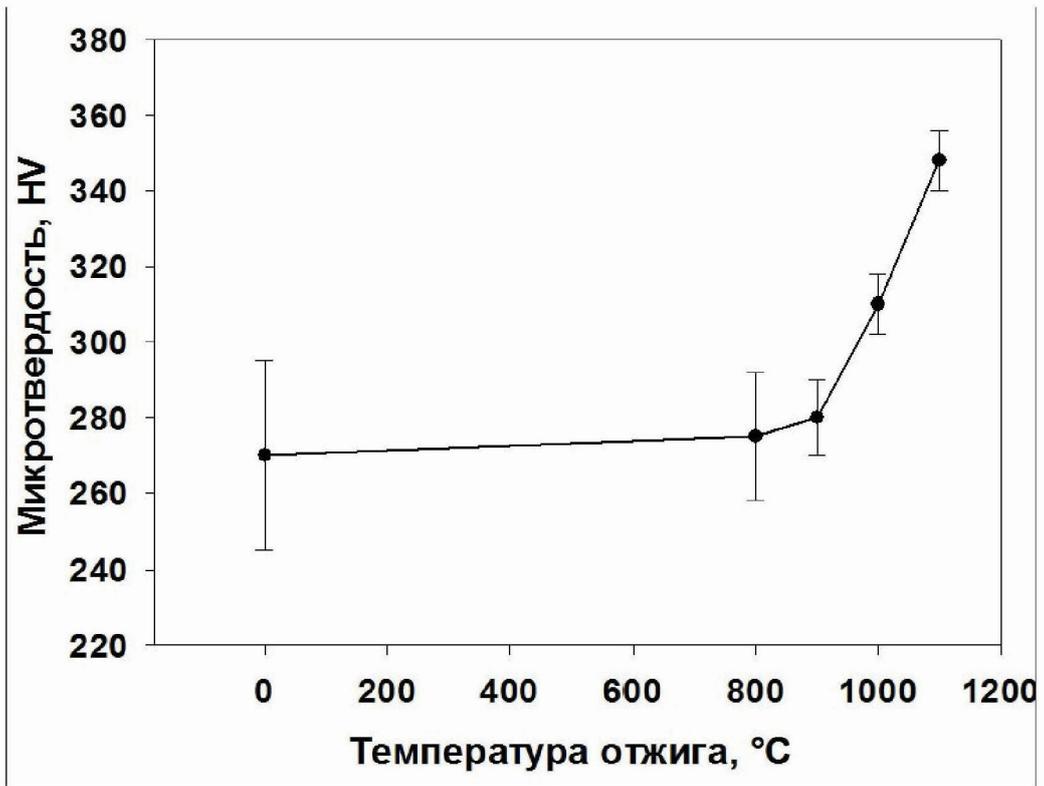
(57) Реферат:

Изобретение относится к металлургии, в частности к получению композиционных материалов с металлической среднеэнтропийной матрицей, упрочненными соединениями диборида титана. Может использоваться в производстве имплантов для применения в травматологии, имплантологии и ортопедии. Смесь высокочистых титана, циркония и алюминия, взятых в процентном отношении: 33,4 ат. % титана, 33,3 ат. % ниобия, 33,3 ат. % циркония, подвергают вакуумно-дуговому переплаву при рабочей температуре 3500 °С в течение 60 минут. Добавляют 0,7 мас. % TiB<sub>2</sub> от общего веса

матричного сплава TiNbZr. Затем проводят листовую прокатку полученного металломатричного композита TiNbZr/TiB<sub>2</sub> при комнатной температуре до общей степени деформации 80 % с обжатием за проход 200 мкм, равным степени деформации 8 %. Далее осуществляют отжиг прокатанного композита в вакууме в течение 30 минут в интервале температур 1000-1100 °С. Обеспечиваются высокие показатели микротвердости при сохранении значений прочности и пластичности. 2 ил., 1 табл., 4 пр.

RU 2 856 226 C1

RU 2 856 226 C1



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*C22C 1/10* (2006.01)  
*C22C 30/00* (2006.01)  
*C22F 1/18* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

*C22C 1/1036* (2025.08); *C22C 30/00* (2025.08); *C22C 1/10* (2025.08); *C22F 1/18* (2025.08)

(21)(22) Application: **2025112900, 16.05.2025**

(24) Effective date for property rights:  
**16.05.2025**

Registration date:  
**20.02.2026**

Priority:

(22) Date of filing: **16.05.2025**

(45) Date of publication: **20.02.2026** Bull. № 5

Mail address:

**308015, g. Belgorod, ul. Pobedy, 85, NIU "BelGU",  
Krylova Anna Sergeevna**

(72) Inventor(s):

**Ozerov Maksim Sergeevich (RU),  
Tagirov Damir Vagizovich (RU),  
Sokolovskii Vitalii Sergeevich (RU),  
Povoliaeva Elizaveta Andreevna (RU),  
Zherebtsov Sergei Valerevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe  
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego  
obrazovaniia "Belgorodskii gosudarstvennyi  
natsionalnyi issledovatel'skii universitet" (NIU  
"BelGU") (RU)**

(54) **METHOD FOR INCREASING HARDNESS OF METAL MATRIX COMPOSITE BASED ON MEDIUM-ENTROPY ALLOY**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to the production of composite materials with a metallic medium-entropy matrix reinforced with titanium diboride compounds. Can be used in the production of implants for use in traumatology, implantology and orthopaedics. A mixture of high-purity titanium, zirconium and aluminium, taken in percentage: 33.4 at.% titanium, 33.3 at.% niobium, 33.3 at.% zirconium, is subjected to vacuum-arc remelting at a working temperature of 3500 °C for 60 minutes. 0.7 mas.% TiB<sub>2</sub> of the total

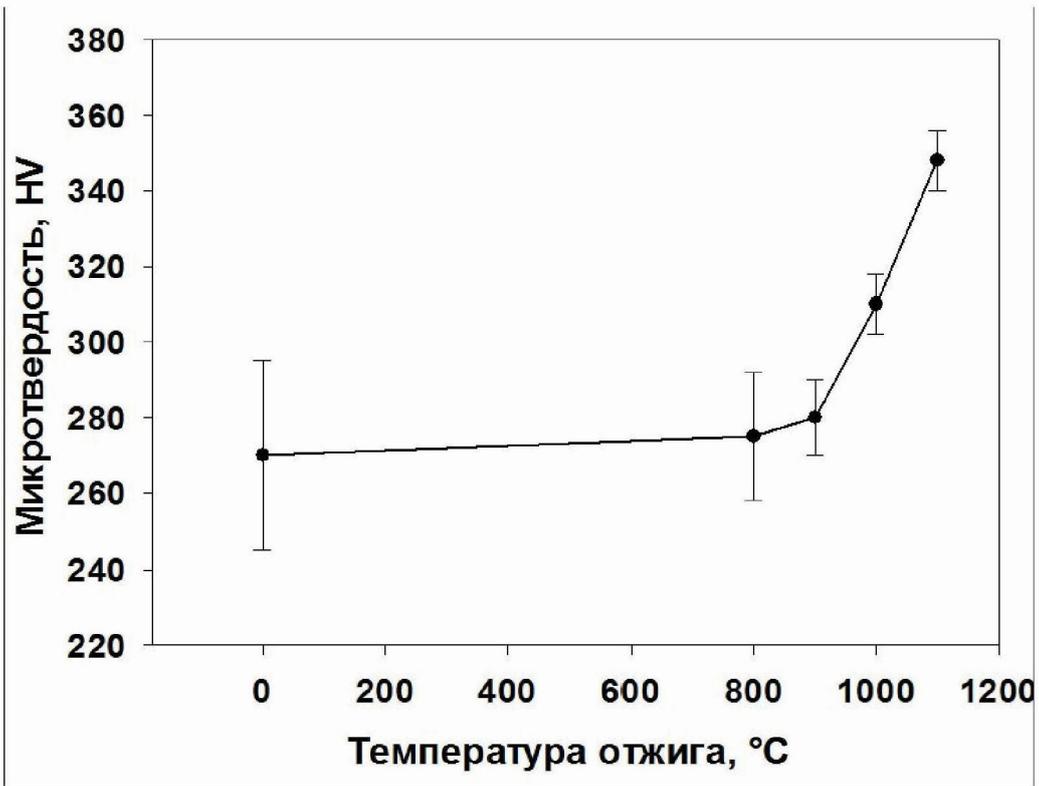
weight of the TiNbZr matrix alloy is added. Then sheet rolling of the obtained TiNbZr/TiB<sub>2</sub> metal matrix composite is carried out at room temperature to a total deformation degree of 80% with a reduction per pass of 200 mcm, equal to a deformation degree of 8%. Then annealing of the rolled composite is carried out in vacuum for 30 minutes in the temperature range of 1000-1100 °C.

EFFECT: high microhardness indicators while maintaining strength and plasticity values.

1 cl, 2 dwg, 1 tbl, 4 ex

RU 2 856 226 C1

RU 2 856 226 C1



Фиг. 1

Изобретение относится к области металлургии, в частности к получению композиционных материалов с металлической среднеэнтропийной матрицей, упрочненными соединениями диборида титана. Данное изобретение может быть использовано в производстве имплантов для применения в травматологии, имплантологии и ортопедии.

Бета-титановые сплавы обладают низким модулем упругости, высокой удельной прочностью, отличной коррозионной стойкостью и биосовместимостью, что определяет их широкое использование в имплантологии, травматологии и ортопедии [Lai-Chang Zhang and Liang-Yu Chen. A Review on Biomedical Titanium Alloys: Recent Progress and Prospect. *Adv. Eng. Mater.* 2019, 21, 1801215]. Среднеэнтропийный эквиатомный сплав системы Ti-Nb-Zr [O.N. Senkov, S. Rao, K.J. Chaput, C. Woodward. Compositional effect on microstructure and properties of NbTiZr-based complex concentrated alloys. *Acta Materialia* 2018, 151, 201-215], состоящий из наиболее биосовместимых элементов, за счет комбинации высоких прочностных и пластических свойств является очень перспективным материалом для применения в ортопедической хирургии в виде костных имплантов [Sertan Ozan, Jixing Lin, Yuncang Li, Rasim Ipek, Cuie Wen. Development of Ti-Nb-Zr alloys with high elastic admissible strain for temporary orthopedic devices. *Acta Biomaterialia* 2015, 20, 176-187]. Сплав TiNbZr имеет существенно более низкий модуль Юнга (48-64 ГПа) по сравнению со сплавом Ti-6Al-4V (110 ГПа), нержавеющей сталью 316L (200 ГПа) и сплавами Co - Cr (210-232 ГПа) и близок к модулю упругости костной ткани (~ 27 ГПа) [Rho JY, Tsui TY, Pharr GM. Elastic properties of human cortical and trabecular lamellar bone measured by nanoindentation. *Biomaterials* 1997, 18, 1325-30], что является важным фактором для его использования в качестве материала для имплантов [Geetha M, Singh AK, Asokamani R, Gogia AK. Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants - a review. *Prog Mater Sci* 2009, 54, 397-425]. Кроме того, наличие Zr тормозит образование фосфатов на поверхности материала, которые оказывают негативное влияние на взаимодействие имплантата с костной тканью [Hanawa T, Hiromoto S, Asami K, Okuno O, Asaoka K. Surface oxide films on titanium alloys regenerated in Hanks' solution. *Mater Trans* 2002, 43, 3000-4]. Многочисленные исследования также подтверждают практически идеальную биосовместимость сплавов системы Nb-Ti-Zr [Oleg Mishchenko, Oleksandr Ovchynnykov, Oleksii Kapustian and Maksym Pogorielov. New Zr-Ti-Nb Alloy for Medical Application: Development, Chemical and Mechanical Properties, and Biocompatibility. *Materials* 2020, 13, 1306]. Однако применение данных сплавов часто ограничивается другими их характеристиками: относительно низкой прочностью, твердостью и износостойкостью. Существенное улучшение прочностных характеристик может обеспечиваться путем создания металл-матричных композитов с керамическими армирующими компонентами, в частности боридными частицами. Наилучшим выбором для сплавов на основе титана представляется использование в качестве упрочнителя частиц диборида титана (TiB<sub>2</sub>), которые хорошо сопрягаются с титановой матрицей без формирования переходной области и имеют близкий коэффициент термического расширения. Таким образом, вопрос повышения прочностных характеристик, твердости и износостойкости бета титановых сплавов системы Ti-Nb-Zr при сохранении или снижении модуля упругости является актуальным, поскольку это позволит значительно расширить область применения этих материалов в ортопедии и имплантологии.

На данный момент известно несколько вариаций средне- и высокоэнтропийных сплавов, наиболее близких по химическому составу к заявленному композиту.

Известен высокоэнтропийный сплав Al<sub>5</sub>Nb<sub>24</sub>Ti<sub>40</sub>V<sub>5</sub>Zr<sub>26</sub> (S. Zherebtsov, N. Yurchenko, E. Panina, M. Tikhonovsky, N. Stepanov. Gum-like mechanical behavior of a partially ordered

Al5Nb24Ti40V5Zr26 high entropy alloy, *Intermetallics* 116 (2020) 106652). Данный сплав содержит 5 ат. % алюминия, 24 ат. % ниобия, 40 ат. % титана, 5 ат. % ванадия и 26 ат. % циркония, который получают с помощью вакуумно-дугового переплава в среде аргона. Основным недостатком данного сплава является недостаточно высокий

5 удельный предел текучести при комнатной температуре, равный 760 МПа.

Известен среднеэнтропийный сплав TiNbZr (Jingyu Pang, Hongwei Zhang, Long Zhang, Zhengwang Zhu, Huameng Fu, Hong Li, Aimin Wang, Zhengkun Li, Haifeng Zhang. Simultaneous enhancement of strength and ductility of body-centered cubic TiZrNb multi-principal element alloys via boron-doping, *Journal of Materials Science & Technology* Volume 78, 10 July 2021, Pages 74-80). Данный сплав содержит титан, ниобий и цирконий в эквивалентных пропорциях, то есть в атомном соотношении элементов 1:1:1. Способ получения данного сплава реализуется с помощью вакуумно-дугового переплава. Основным недостатком

10 данного сплава является недостаточно высокий удельный предел текучести при комнатной температуре, равный 600 МПа.

Известен среднеэнтропийный сплав TiNbZr (Rajeshwar R.Eleti, Nikita Stepanov, Nikita Yurchenko, Sergey Zhrebtsov, Francesco Maresca. Cross-kink unpinning controls the medium-to high-temperature strength of body-centered cubic NbTiZr medium-entropy alloy. *Scripta Materialia*, Volume 209, 1 March 2022, 114367). Сплав содержит 33,3 ат. % титана, 33,3 ат. % ниобия и 33,3 ат. % циркония. Основным недостатком данного сплава, который

15 получают вакуумно-дуговой плавкой в среде чистого аргона, является недостаточно высокий удельный предел текучести при комнатной температуре, равный 690 МПа.

Известен способ получения металлматричного композита на основе среднеэнтропийного сплава TiNbZr, упрочненный боридами титана, описанный в статье (M. Ozerov; V. Sokolovsky; N. Stepanov; S. Zhrebtsov. Microstructure and tensile properties of TiNbZr alloy-based metal-matrix composites, reinforced with borides. *AIP Conf. Proc.* 2899, 020109 (2023). Композит TiNbZr/TiB<sub>2</sub>, содержащий 33,3 ат. % титана, 33,3 ат. % ниобия и 33,3 ат. % циркония с добавлением 0,7 вес. % диборида титана TiB<sub>2</sub> получают

25 посредством вакуумно-дугового переплава при рабочей температуре 3500°C в течение 60 минут, с последующим переплавлением в количестве 5 раз полученных слитков для

30 получения однородного распределения химических элементов по объему заготовки. Основным недостатком данного композита являются недостаточно высокие предел текучести и предел прочности при комнатной температуре, равные 750 МПа и 800 МПа, соответственно.

За прототип выбран способ получения композита обеспечивающего получение

35 металлматричного композита на основе среднеэнтропийного сплава TiNbZr, упрочненного частицами диборида титана (TiB<sub>2</sub>), с повышенными показателями

прочности с сохранением приемлемой пластичности при комнатной температуре, описанный в патенте RU № 2813079 (Опубликовано: 06.02.2024). Способ включает

40 получение металлматричного композита TiNbZr/TiB<sub>2</sub> путем вакуумно-дугового

переплава при рабочей температуре 3500°C в течение 60 минут высокочистых титана, циркония и алюминия, взятых в следующем процентном отношении: 33,4 ат.% титана, 33,3 ат.% ниобия, 33,3 ат.% циркония и с добавлением далее 0,7 вес.% TiB<sub>2</sub> от общего

веса матричного сплава TiNbZr. Далее осуществляют листовую прокатку полученного

45 металлматричного композита TiNbZr/TiB<sub>2</sub> при комнатной температуре до общей степени деформации 80% с обжатием за проход ~200 мкм, равным степени деформации 8%. Технический результат изобретения заключается в получении композита TiNbZr/TiB<sub>2</sub>, содержащего 33,4 ат. % титана, 33,3 ат. % ниобия и 33,3 ат. % циркония с

добавлением 0,7 вес. % диборида титана  $TiB_2$ , с высокими показателями предела текучести 800 МПа, предела прочности 1080 МПа и пластичностью 5% при комнатной температуре. Недостатком данного способа является недостаточно высокие показатели микротвердости 270 HV полученного композита.

#### СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Задачей изобретения является создание способа, обеспечивающего получение металлматричного композита на основе среднеэнтропийного сплава  $TiNbZr$ , упрочненного частицами диборида титана ( $TiB_2$ ), с повышенными показателями микротвердости с сохранением приемлемого баланса прочности и пластичности при комнатной температуре.

Технический результат изобретения заключается в получении композита  $TiNbZr/TiB_2$ , содержащего 33,4 ат. % титана, 33,3 ат. % ниобия и 33,3 ат. % циркония с добавлением 0,7 вес. % диборида титана  $TiB_2$  от общих 100% веса смеси элементов титана, ниобия и циркония, с высокими показателями микротвердости 310 и 350 HV с сохранением значений предела текучести 800 МПа, предела прочности 1080 МПа и пластичности 5 % при комнатной температуре.

Задача изобретения решается предложенным способом получения металлматричного композита  $TiNbZr/TiB_2$ , включающим вакуумно-дуговой переплав при рабочей температуре 3500°C в течение 60 минут высокочистых титана, циркония и алюминия, взятых в следующем процентном отношении: 33,4 ат. % титана, 33,3 ат. % ниобия, 33,3 ат. % циркония и с добавлением далее 0,7 % вес.  $TiB_2$  от общего веса матричного сплава  $TiNbZr$ , проведение листовой прокатки композита при комнатной температуре до общей накопленной степени деформации, равной 80% с обжатием за проход ~ 200 мкм, равным степени деформации 8%, в который внесены следующие новые признаки:

- прокатанный композит подвергают отжигу в вакууме в течение 30 минут при температурах в интервале 1000-1100°C.

Отличительной особенностью заявленного способа является то, что неожиданно было установлено, что отжиг в вакууме в течение 30 минут при температурах в интервале 1000-1100°C прокатанного композита  $TiNbZr/TiB_2$  при содержании армирующего компонента  $TiB_2$  0,7 вес. % значительно повышает показатели микротвердости композита. Таким образом, заявленное изобретение соответствует условиям новизны и изобретательского уровня.

Чистота элементов, используемых при получении заявленного композита  $TiNbZr+0.7TiB_2$ , приведена в таблице 1.

Таблица 1 - Чистота элементов, используемых при получении заявленного композита  $TiNbZr+0.7TiB_2$ .

Химический элемент/соединение	Чистота, %
Nb	99,99
Ti	99,95
Zr	99,95
$TiB_2$	99,999

Изобретение иллюстрируется следующими материалами:

Фиг. 1 - Изменение значений микротвердости композита в зависимости от температуры отжига.

Фиг. 2 - Эволюция микроструктуры прокатанного композита после отжига в вакууме в течение 30 мин при 800°C (а), 900°C (б), 1000°C (в) и 1100°C (г).

## ОСУЩЕСТВЛЕНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Пример 1. Получение литого металломатричного композита TiNbZr/TiB<sub>2</sub>

В качестве исходных материалов использовали высокочистые элементы ниобия, титана, циркония, взятые в следующем соотношении (ат. %): 33,4 титана, 33,3 ниобия, 33,3 циркония, и далее добавляли порошок диборида титана со средним размером частиц 4 мкм в количестве 0,7 вес. % от общего веса матричного сплава TiNbZr. Далее проводили процесс вакуумно-дугового переплава с использованием установки Buehler Arc Melter 200 при рабочей температуре 3500°C в течение 60 минут для получения литого металломатричного композита TiNbZr/TiB<sub>2</sub>. Полученные слитки переплавляли 5 раз для получения однородного распределения химических элементов по объему заготовки. В итоге слитки имели массу 50 г, пор или каких-либо других дефектов в структуре слитков обнаружено не было.

Значение предела текучести полученного композита составляет 745 МПа, предела прочности 805 Мпа при значениях микротвердости 250 HV.

Пример 2

Полученный по примеру 1 металломатричный композит TiNbZr/TiB<sub>2</sub> подвергают деформационной обработке путем листовой прокатки образцов композита при комнатной температуре до общей степени деформации 80% с обжатием за проход ~ 200 мкм, равным степени деформации 8%.

После прокатки зафиксировано существенное повышение механических свойств металломатричного композита TiNbZr/TiB<sub>2</sub>, а именно, увеличение значений предела текучести до 800 МПа и предела прочности до 1080 МПа при комнатной температуре. Значение пластичности составило 5 % при значениях микротвердости 270 HV.

Пример 3

Полученный по примеру 2 металломатричный композит TiNbZr/TiB<sub>2</sub> подвергают отжигу в вакууме в течение 30 минут при температуре 1000°C.

После отжига зафиксировано существенное повышение значений микротвердости металломатричного композита TiNbZr/TiB<sub>2</sub> до 310 HV при сохранении значений прочности и пластичности на прежнем уровне.

Пример 4

Полученный по примеру 2 металломатричный композит TiNbZr/TiB<sub>2</sub> подвергают отжигу в вакууме в течение 30 минут при температуре 1100°C.

После отжига зафиксировано существенное повышение значений микротвердости металломатричного композита TiNbZr/TiB<sub>2</sub> до 350 HV после отжига при 1100°C при сохранении значений прочности и пластичности на прежнем уровне.

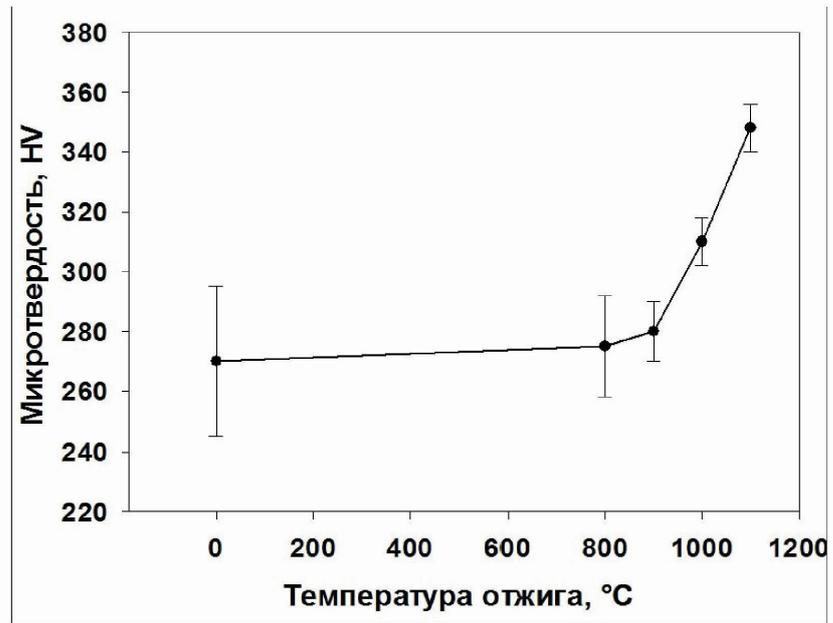
Таким образом, приведенные примеры подтверждают достижение заявленного технического результата, а именно, высоких показателей микротвердости 310 и 350 HV при сохранении значений прочности и пластичности на прежнем уровне, после отжига при 1000 и 1100°C в течение 30 мин металломатричного композита TiNbZr/TiB<sub>2</sub>, соответственно. Данный результат, несомненно, обусловлен изменениями микроструктуры прокатанного композита после отжига в течение 30 мин, как показано на фиг.2. По результатам анализа эволюции микроструктуры композита установлено,

что в ходе отжига наблюдается формирование полигональных ОЦК-зерен со средним размером 17 мкм, а с увеличением температуры отжига не наблюдается существенного роста их среднего размера, который после отжига при 1100°C составил 22 мкм (Фиг. 2). Показано, что частицы боридов располагаются по границам рекристаллизованных зерен. Таким образом, установлено, что бориды являются эффективными барьерами для сдерживания роста зерен в ходе рекристаллизационного отжига композита в широком интервале температур и позволяют сформировать однородную рекристаллизованную структуру с требуемым размером зерен. Следовательно, отжиг в диапазоне 1000-1100°C гарантированно обеспечивает повышение значений микротвердости композита (Фиг. 1). Оценка влияния температуры отжига на значения микротвердости показала, что микротвердость композита не изменяется после отжига 800°C и составляет 270 HV (Фиг. 1). Увеличение температуры отжига до 900°C ведет к некоторому росту среднего значения микротвердости. Дальнейшее повышение температуры отжига до 1000 и 1100°C приводит к существенному росту микротвердости до 310 и 350 HV, соответственно. Дальнейшее повышение температуры отжига свыше 1100°C приводит к скачкообразному росту зерен ОЦК-матрицы и, следовательно, падению значений микротвердости.

(57) Формула изобретения

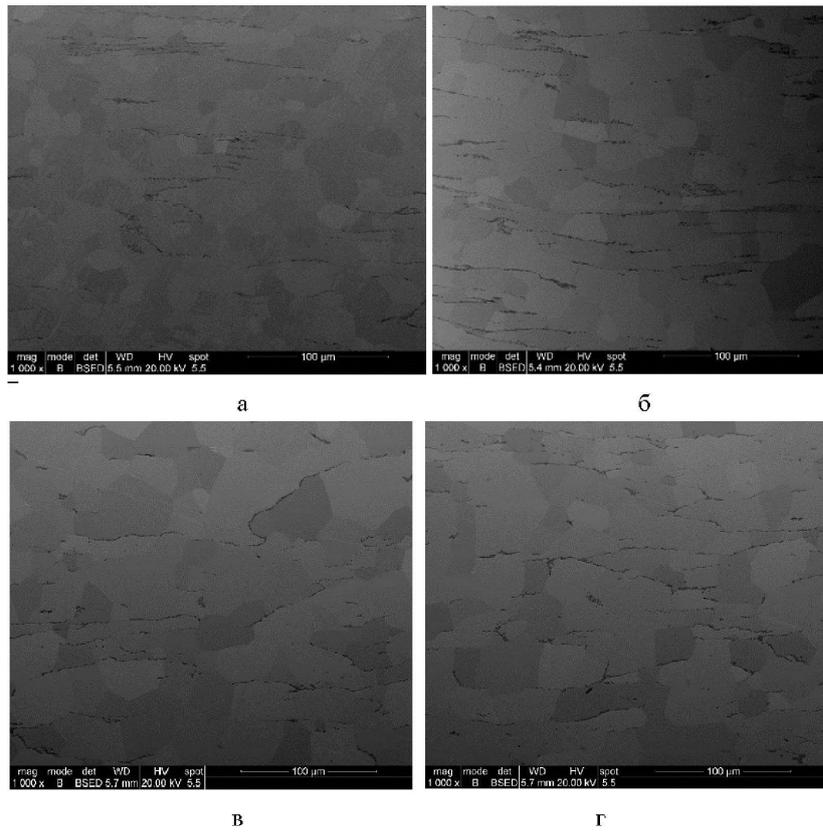
Способ получения металлматричного композита  $\text{TiNbZr/TiB}_2$  на основе среднеэнтропийного сплава  $\text{TiNbZr}$ , включающий вакуумно-дуговой переплав при рабочей температуре 3500 °C в течение 60 минут высокочистых титана, циркония и алюминия, взятых в следующем процентном отношении: 33,4 ат. % титана, 33,3 ат. % ниобия, 33,3 ат. % циркония и с добавлением далее 0,7 мас. %  $\text{TiB}_2$  от общего веса матричного сплава  $\text{TiNbZr}$  и последующую листовую прокатку полученного металлматричного композита  $\text{TiNbZr/TiB}_2$  при комнатной температуре до общей степени деформации 80 % с обжатием за проход 200 мкм, равным степени деформации 8 %, отличающийся тем, что далее осуществляют отжиг прокатанного композита в вакууме в течение 30 минут в интервале температур 1000-1100 °C.

1



Фиг. 1

2



Фиг. 2