

Черезов Никита Петрович

СИНТЕЗ, СВОЙСТВА И ПРИМЕНЕНИЕ ПОРОШКОВ НА ОСНОВЕ
ТИТАНА, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ СВС-ГИДРИРОВАНИЯ И
ТЕРМИЧЕСКОГО ДЕГИДРИРОВАНИЯ

Специальность 1.3.17 – Химическая физика, горение и взрыв,
физика экстремальных состояний вещества

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки
Институте структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова
Российской академии наук (ИСМАН)

Научный руководитель	Алымов Михаил Иванович доктор технических наук, профессор, член-корреспондент РАН, директор ИСМАН
Официальные оппоненты	Милейко Сергей Тихонович доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник лаборатории спектроскопии дефектных структур, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна Российской академии наук, г. Черноголовка Лигачев Александр Егорович доктор физико-математических наук, профессор, ведущий научный сотрудник отдела лазерной физики, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Федеральный исследовательский центр Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук, г. Москва
Ведущая организация	Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Самарский государственный технический университет , г. Самара

Защита диссертации состоится « 21 » мая 2025 года в 10.00 на заседании диссертационного
совета 24.1.124.01, созданного на базе Федерального государственного бюджетного учреждения
науки Институте структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова
Российской академии наук (ИСМАН) по адресу: 142432, Московская обл., г. Черноголовка,
ул. Академика Осипьяна, д.8.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИСМАН и на сайте:
https://www.ism.ac.ru/n_struct/dsc/annonces/chezov/chezov.pdf

Отзывы на автореферат диссертации (в двух экземплярах, заверенных печатью организации)
просьба направлять по адресу: 142432, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна
д. 8, ИСМАН, Диссертационный совет 24.1.124.01. и по электронной почте petrov@ism.ac.ru

Автореферат разослан « _____ » _____ 2025 г.

Ученый секретарь диссертационного совета
к.т.н.



Петров Е.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Титан и титановые сплавы являются одними из наиболее востребованных материалов, которые играют ключевую роль в аэрокосмической, энергетической и медицинской областях. Такое повышенное внимание к этому материалу вызвано оптимальным сочетанием механических и коррозионных свойств. Однако более распространенному применению препятствует высокая стоимость титана и его сплавов по сравнению с конкурирующими материалами (сталь, алюминий). Основной технологией изготовления изделий из титана является литье с последующей прокаткой и механической обработкой. Титан характеризуется высокой химической активностью и реакционной способностью с большинством элементов периодической таблицы. В частности, титан активно реагирует с азотом, углеродом и особенно с кислородом. Эти факторы затрудняют получение титана в металлургических печах и требуют создания инертной среды или вакуума. При этом в процессе изготовления изделий из титана образуется значительное количество отходов, а коэффициент использования материала составляет всего 40-60 %. Таким образом высокая стоимость титана по сравнению с алюминием и сталью является результатом высоких затрат на его получение и обработку.

Изготовление изделий из титана методами порошковой металлургии является перспективным направлением, целью которого является снижения конечной стоимости изделий. Детали, получаемые методом порошковой металлургии максимально близки к конечной форме, что исключает механическую обработку и образование большого количества отходов.

Порошки титана и его сплавы применяются в производстве коррозионноустойчивых фильтров, в медицине для изготовления имплантов, в производстве пиротехнических средств пористых геттеров, для изготовления композитов с алюминием и другими металлами, для напыления покрытий. В связи с чем возникает высокая потребность в дешевых и качественных исходных порошках титана. Более того титан активно применяется в технологиях аддитивного производства, благодаря чему обеспечивается до 75 % экономии ценного металла.

В дополнении к этому, в процессе изготовления изделий из титана образуется значительное количество отходов (стружки). Стружка титана в настоящее время из-за отсутствия эффективной промышленной технологии ее переработки складывается или идет на переплавку. Однако титановую стружку можно перерабатывать в порошок, который в дальнейшем используют для изготовления изделий методами порошковой металлургии.

В связи с чем разработка эффективной ресурсосберегающей технологии получения порошка титана для применения в различных областях промышленности (изготовление деталей методами порошковой металлургией, аддитивными технологиями) является весьма актуальной задачей.

Технология гидрирования-дегидрирования для получения порошков титана считается наиболее перспективной, поскольку позволяет получать титановый порошок с низким содержанием примесей и по низкой цене. Технология является экологически чистой и практически безотходной. Кроме того, в качестве исходного сырья возможно применение отходов титана (стружки, опилок, мелкого лома), что делает данный метод ресурсосберегающим.

Повысить эффективность технологии гидрирования-дегидрирования титана можно с помощью метода самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). Особенностью СВС является то, что процесс гидрирования протекает без внешних энергозатрат, лишь за счет собственного тепла экзотермической реакции $Ti + H_2 \rightarrow TiH_2 + Q$ (39 ккал/моль). Далее синтезированный гидрид титана проходит те же операции, что и в процессе стандартной технологии: измельчение, рассев, дегидрирование.

Целью настоящей работы является разработка и исследование метода СВС-гидрирования и термического дегидрирования для получения порошков на основе титана, изучение свойств получаемых порошков и их апробация в технологиях порошковой металлургии.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

1. Исследовать процесс горения титановой губки в водороде (2 МПа) в реакторе СВС. Определить параметры процесса горения. На основании проведенных исследований установить механизм горения титановой губки в водороде.

2. Изучить особенности процесса синтеза порошка титана из губки методом СВС-гидрирования и термического дегидрирования.

3. Определить физические и технологические свойства, химический состав порошков, полученных в процессе СВС-гидрирования и термического дегидрирования.

4. Исследовать особенности сфероидизации порошка титана, полученного из губки, определить свойства получаемых порошков.

5. Разработать способ получения порошков на основе титана из титановой стружки методом СВС-гидрирования и термического дегидрирования. Исследовать особенности метода и изучить свойства получаемых порошков.

6. Апробировать получаемые порошки титана в технологиях порошковой металлургии, в процессах СВС. Оценить экономический эффект исследуемой технологии.

Научная новизна работы

1. Установлено влияние давления водорода (2 МПа) на параметры горения титановой губки в реакторе СВС. Температура горения 1050-1060 °С, скорость горения 2 мм/с. Предложен механизм горения титановой губки в режиме СВС: в первую очередь в зоне реакции образуется твердый раствор водорода в титане на поверхности губки, далее водород за счет диффузии проникает вглубь губки, образуется твердый раствор водорода в титане по всему объему губки, образование TiH_2 происходит на стадии догидрирования, когда губка остывает до температуры ~ 750 °С и процесс образования TiH_2 преобладает над процессом дегидрирования.

2. Установлено, что режим дегидрирования порошка гидрида титана (750 °С; 5 ч) наиболее подходит для тонкой фракции со средним размером частиц 35 мкм. В процессе термического разложения гидрида титана происходит уменьшение среднего размера частиц порошка на 6–28 % в зависимости от образцов.

3. Разработана схема СВС-гидрирования титановой стружки и установлено, что для повышения теплопроводности и обеспечения стабильности процесса горения стружку титана необходимо предварительно спрессовать в брикеты до относительной плотности 0,30-0,55 и смешать с 50-70 масс. % титановой губки.

4. Определено, что после СВС-гидрирования титановая стружка обладает δ -фазой, а титановая губка более насыщенной водородом ϵ -фазой. Данное различие вызвано меньшим содержанием водорода в стружке (4 масс. %) ввиду менее развитой поверхности стружки и меньшей площади для адсорбции водорода в процессе синтеза.

5. Изучено влияние доли порообразователя (NH_4HCO_3) в исходной смеси, температуры и среды спекания на пористость и механические свойства пористого титана. Показано, что изменение объемной доли порообразователя от 0 до 60 % позволяет регулировать пористость образцов титана от 3 до 59 %. Прочность пористых образцов снижается с увеличением доли порообразователя и зависит от среды и температуры спекания. Установлено, что прочность образцов, спеченных в вакууме, как правило выше и достигает 1449 МПа. Установлено, что модуль упругости при сжатии пористого титана снижается с 50 до 4 ГПа при увеличении пористости с 3 до 59 %.

6. Изучено влияние содержания кислорода и водорода в исходных смесях на параметры СВС, фазовый состав, структуру и микротвердость сплавов никелида титана. Показано, что максимальное содержание фазы NiTi (85 %) в сплаве наблюдается при более высокой температуре горения (1400 °С) и минимальном содержании кислорода (0,35 масс. %) и водорода (0,07 масс. %) в порошковом титане. Установлено, что сплав с максимальным содержанием фазы NiTi обладает минимальной микротвердостью (HV = 6,2 ГПа). При повышении концентрации вторичных фаз (NiTi₂, Ni₃Ti, Ni₄Ti₃) в синтезированных сплавах микротвердость увеличивается. Было отмечено, что применение порошка титана, полученного СВС-гидрированием и термическим дегидрированием, позволяет получать продукт с наилучшими свойствами.

Практическая значимость работы

1. Получены мелкодисперсные порошки титана из титановой губки методом СВС-гидрирования и дегидрирования. Установлены физические, технологические свойства и химический состав получаемых порошков. По результатам химического анализа полученный гидрид титана содержит повышенное содержание водорода 4,2 масс. %, вызванное высоким давлением водорода при синтезе. Технологические свойства и химический состав дегидрированных порошков отвечают требованиям (ТУ 14-22-57-92) для их применения в порошковой металлургии. Наличие сателлитов и осколочная форма частиц сильно снижают текучесть порошков, что вызовет трудности при использовании их в автоматизированных процессах.

2. Показана принципиальная возможность получения сферических порошков из титановой губки методом СВС-гидрирования и дегидрирования с последующей сфероидизацией. В конечном продукте удалось добиться следующего содержания примесей: водород 0,07 масс. %, углерод 0,08 масс. %, азот 0,15 масс. %, кислород 0,30 масс. %, железо 0,08 масс. %. Технологические характеристики сфероидизированного продукта: насыпная плотность 2,54 г/см³, удельная поверхность 0,12 м²/г, текучесть 30 с/50 г. Полученные сферические порошки титана обладают характеристиками для применения в аддитивных технологиях.

3. Получены мелкодисперсные порошки из титановой стружки VT1-0 и VT6 методом СВС-гидрирования и дегидрирования (патент РФ на изобретение № 2833028 от 13.01.2025 г.). Содержание водорода в порошке гидрида титана, полученного из стружки, ниже (4 масс. %) в сравнении с гидридом из губки. Порошок, полученный из стружки, имеет осколочную неправильную форму. Последующая термическая обработка в вакууме позволила получить порошки на основе титана с низким содержанием примесей (0,5-0,6 масс. %) и осколочной морфологией. Свойства порошков соответствуют характеристикам титана VT1-0 и VT6.

4. Установлено, что исследуемый метод позволяет получать порошки на основе титана с размером частиц 20-40 мкм, которые были апробированы в технологиях порошковой металлургии, а именно: при изготовлении пористого титана и при изготовлении сплавов никелида титана. Благодаря сочетанию высокой энергоэффективности метода СВС и применению дешевого исходного сырья, метод позволяет получать порошки титана по цене в 2-9 раз ниже аналогов.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Параметры горения (температура, скорость) титановой губки в водороде (2 МПа) в реакторе СВС. Механизм горения титановой губки в водороде. Представлены результаты исследования влияния размера частиц гидрида титана при дегидрировании на параметры процесса и свойства конечного порошка титана.

2. Результаты исследования плазменной сфероидизации порошка титана, полученного из губки и свойства получаемых порошков.

3. Новый способ получения порошков на основе титана из титановой стружки (BT1-0, BT6) методом СВС-гидрирования и термического дегидрирования. Исследование особенностей метода и свойства получаемых порошков.

4. Результаты апробации получаемых титановых порошков. Исследованы характеристики образцов пористого титана и сплава никелида титана. В результате было установлено, что получаемые образцы обладают необходимыми эксплуатационными характеристиками.

5. Расчет экономической эффективности метода СВС-гидрирования и дегидрирования. Показано, что благодаря сочетанию высокой энергоэффективности метода СВС и применению дешевого исходного сырья метод позволяет получать порошок титана и его сплавов с необходимыми свойствами и по низкой цене в сравнении с конкурентами.

Соответствие содержания диссертации паспорту специальности, по которой она рекомендуется к защите

Диссертационная работа Черезова Н. П. «Синтез, свойства и применение порошков на основе титана, полученных методом СВС-гидрирования и термического дегидрирования» соответствует паспорту научной специальности: 1.3.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества»;

– формуле паспорта диссертации, т.к. в диссертационной работе рассматривается применение процессов горения в режиме самораспространяющегося высокотемпературного синтеза для синтеза порошков на основе титана, влияние синтеза на процессы фазо- и структурообразования порошков на основе титана, характер взаимодействия водорода с титаном (BT1-0, BT6) в режиме горения;

– областям исследования паспорта специальности, в частности:

- ✓ пункт 1 «Поведение веществ и структурно-фазовые переходы в экстремальных условиях»;
- ✓ пункт 2 «Экспериментальные методы исследования химической динамики»;
- ✓ пункт 4 «Закономерности и механизмы распространения, структура, параметры и устойчивость волн горения...», «связь химической и физической природы веществ и систем с их термохимическими параметрами, характеристиками горения...», «...макрокинетика процессов горения...»;
- ✓ пункт 5 «Процессы горения в устройствах и аппаратах для получения веществ и продуктов; управление процессами горения».

Апробация работы

Основные результаты и положения диссертации докладывались и обсуждались на следующих научных конференциях: VII Международная конференция «Лазерные, плазменные исследования и технологии» ЛаПлаз-2021, Москва, НИЯУ МИФИ, 2021; XXXIII Симпозиум «Современная химическая физика», Туапсе: 2021; Международная конференция «Физика и технологии перспективных материалов», Уфа, РИЦ БашГУ, 2021; Молодёжные научно-инновационные проекты Московской области «Тезисы 16-ой научно-практической конференции», Москва, 2021; XVIII Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов», Москва, 30 ноября – 03 декабря 2021, ИМЕТ РАН; VIII Международная конференция «Лазерные, плазменные исследования и технологии» ЛаПлаз-2022, Москва, НИЯУ МИФИ, 2022; IV Международной школы-конференции «Перспективные высокоэнтропийные материалы», 26–30 октября 2022, Черногловка, Россия; XIX Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов», Москва, 18 – 21 октября 2022; 21-й Международная школа-конференция имени Б.А. Калина для молодых ученых и специалистов «Новые материалы: Перспективные технологии получения материалов и методы их исследования», Москва, 17 – 19 октября 2023, НИЯУ МИФИ. XX Российская ежегодная

конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» 17 – 20 октября 2023, Москва, ИМЕТ РАН; Sino-Russian Doctoral Forum on Self-Propagating High-Temperature Synthesis, 11 November 2023, Harbin, China; XVI International Symposium on “Self-propagating High-Temperature Synthesis” (SHS) September 9-13, 2024 in Yerevan, Armenia; XVII Всероссийский симпозиум по горению и взрыву. Суздаль, 16 — 20 сентября 2024.

Публикации по теме диссертации

По теме диссертации опубликовано 21 печатная работа в том числе 9 статей в реферируемых научных журналах, входящих в Перечень ВАК и базы данных Web of Science и Scopus, 13 тезисов в сборниках трудов перечисленных выше конференций, получен 1 патент РФ.

Личный вклад автора

Автором были проведены: анализ литературных данных по теме исследования, сформулированы цели и задачи работы; эксперименты по СВС-гидрированию, механическому измельчению, термическому дегидрированию; подготовка образцов к анализу; определение свойств полученных порошков; изучен механизм горения титановой губки в водороде; исследование влияния размера частиц гидрида титана на параметры дегидрирования. При участии автора были проведены: экспериментальные исследования по сфероидизации получаемого порошка титана; исследование параметров горения титана в водороде; исследование режимов спекания, определение прочности на сжатие и модуля упругости пористого титана; изучение влияния содержания кислорода и водорода в исходных порошковых смесях на параметры СВС, фазовый состав, структуру и микротвердость сплавов никелида титана. Автором лично: разработана схема СВС процесса для гидрирования титановой стружки, исследованы особенности процесса; проведены металлографические исследования; сформулированы основные результаты работы; подготовлены публикации; представлялись результаты работ на научно-практических конференциях с международным участием.

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов диссертационной работы обеспечивается использованием современных, взаимодополняющих аттестованных физико-химических методов и методик при проведении экспериментов, исследовании микроструктуры и физико-механических свойств полученных материалов, сопоставлением полученных результатов с результатами других авторов. Достоверность полученных результатов подтверждена публикацией основных данных в высокорейтинговых научных журналах, докладами, обсуждениями результатов на конференциях и лабораторных семинарах, патентом РФ.

Структура и объем диссертации

Диссертационная работа содержит введение, 5 глав, выводы, список использованных источников и приложение. Общий объем работы составляет 158 страниц, включая 66 рисунков, 19 таблиц и библиографию из 119 наименований.

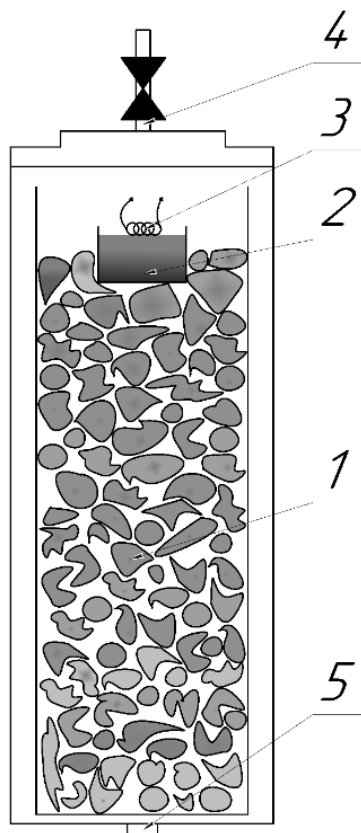
ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении описана актуальность темы диссертации, поставлены цель и задачи исследования, отражены научная новизна и практическая значимость работы.

В первой главе анализируется современное состояние порошковой металлургии. Представлены механические, физические, химические и технологические свойства титана и его сплавов. Представлены основные методы получения порошка титана и его сплавов. Рассмотрены особенности получения гидрида титана и технологии гидрирования-дегидрирования. Также рассмотрены особенности метода СВС-гидрирования, показана перспективность использования СВС для синтеза гидрида титана из губки и из стружки. На основе анализа литературных данных сформулированы цель и основные задачи исследования.

Во второй главе описаны использованные в работе исходные материалы, изложена методика проведения экспериментов, подготовки порошковых материалов, приведено описание установок для гидрирования-дегидрирования и методов для определения свойств образцов, полученных в ходе экспериментов.

Для проведения исследований по СВС-гидрированию в качестве исходного титана



использовали титановую губку марки ТГ-100 (ГОСТ 17746-96). Размер частиц исходной титановой губки составлял от 5 до 20 мм. Химический состав титановой губки по данным ГОСТа представлены в таблице 1. Во всех экспериментах в качестве источника водорода использовали газообразный водород марки «А» 99,99 % (ГОСТ 3022-80). Для проведения исследований по СВС-гидрированию титановой стружки в качестве исходного материала для получения стружки титана применяли титановые прутки марки ВТ1-0 и ВТ6 (ГОСТ 19807-91). Из прутков в ходе механической обработки получали титановую стружку.

Эксперименты по СВС-гидрированию осуществляли в герметичном реакторе СВС-2,5. Схематическое изображение реактора перед синтезом представлено на рисунке 1. Титановую губку массой 0,5 кг загружали в газопроницаемый стакан, который размещался в реакторе. Для поджига титановой губки применяли мелкодисперсный порошок титана, размещенный в бумажном конверте сверху титановой губки. Инициирование реакции осуществляли за счет нагрева нихромовой спирали путем пропускания электрического тока. Перед синтезом реактор герметизировали и продували водородом для удаления воздуха. Далее реактор заполняли водородом до давления водорода 20 атм. В процессе горения давление поддерживали путем

Рисунок 1 – Схема СВС-гидрирования титановой губки:

- 1 – титановая губка;
- 2 – мелкодисперсный порошок титана для поджига;
- 3 – нихромовая спираль для поджига;
- 4 – выход неотреагировавшего водорода;
- 5 – подача водорода

периодической подачи водорода во встречном направлении распространения фронта горения. Время синтеза составило около 75 с, затем нагретая титановая губка охлаждалась в атмосфере водорода в течение 1 часа до комнатной температуры.

Механическое измельчение гидрида титана проводили в стальной барабанно-шаровой мельнице со стальными мелющими телами. Полученный порошок подвергали просеиванию по ГОСТ 18318-94 для получения необходимой фракции.

Таблица 1 – Химический состав титановой губки

Марка	Массовая доля, %				
	Титан	Железо	Углерод	Азот	Кислород
ТГ-100	≥99,72	≤0,06	≤0,03	≤0,02	≤0,04

Процесс дегидрирования проводили на установке рисунок 2, которая была разработана и создана в ИСМАН. Устройство состоит из герметичного цилиндрического контейнера из нержавеющей стали (дегидратор) который размещается внутри электропечи ПТГР-1,0-140. Управление нагревом осуществляется цифровым термоконтроллером, погрешность измерения ±5 °С. К контейнеру с двух сторон подключены трубопроводы для подачи аргона и к вакуумному насосу. Для дегидрирования порошковый образец гидрида титана массой 200 грамм размещали на молибденовой подложке (лодочке). Далее лодочку помещали в дегидратор на специальной подставке. Для создания разряжения использовали масляный пластинчато-роторный двухступенчатый вакуумный насос 2НВР-5ДМ. Насос обеспечивает остаточное давление – 10 Па. С целью снижения содержания остаточного воздуха в системе в контейнер подавали аргон до

давления 0,1 МПа и затем вакуумировали. Данную процедуру проводили 2 раза, что в свою очередь обеспечивает минимальное содержание остаточного воздуха в дегидраторе.

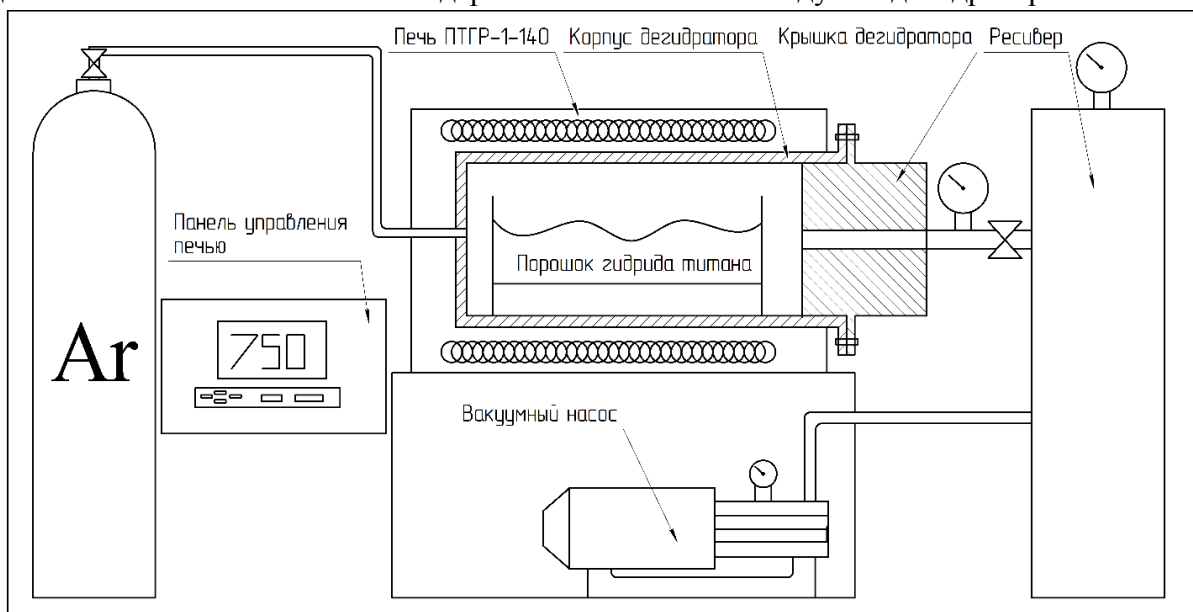
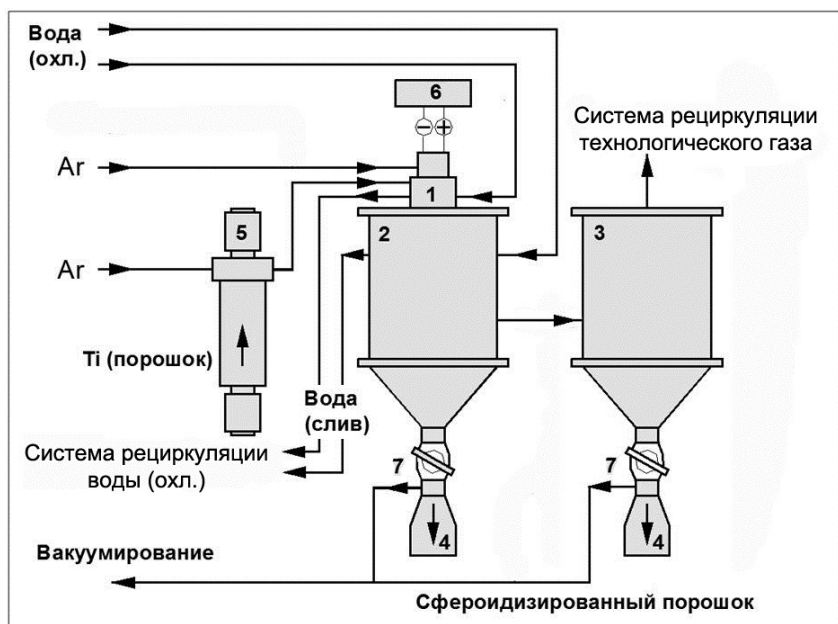


Рисунок 2 – Схематическое изображение установки для термического дегидрирования

Режим дегидрирования состоял из сушки в вакууме при температуре 300 °С в течении 60 мин. Далее температуру нагрева повышали до 750 °С с выдержкой в течение 40 мин. Термическое разложение гидрида титана проводили путем нагрева порошка до прекращения изменения давления в системе. Время начала и конца выделения водорода определяли по показаниям вакуумметра (начало и конец роста давления). Параметры дегидрирования были подобраны таким образом, чтобы происходило минимальное спекание частиц. Охлаждение порошков осуществляли вместе с печью. После полного охлаждения реактор дополнительно продувался аргоном.

Эксперименты по сфероидизации полученных порошков титана проводили на установке



плазменной сфероидизации порошковых материалов (рис. 3). Процесс плазменной сфероидизации порошка титана (прекурсора) осуществляется за счет нагрева и расплавления частиц прекурсора, подаваемых в плазменный поток транспортирующим газом. При охлаждении газодисперсного потока в объеме реактора с водоохлаждаемыми стенками происходит кристаллизация металлических микрокапель в виде частиц сферической формы. Полученный сфероидизированный порошок осаждается на стенках и дне реактора и собирается в приемных бункерах целевого продукта. Основные параметры процесса плазменной сфероидизации порошка титана фракции 20-63 мкм: мощность

Рисунок 3 – Схема установки плазменной сфероидизации порошковых материалов: 1 – электродуговой плазматрон;

2 – камера плазменной обработки порошков;

3 – аппарат фильтрации; 4 – сборник целевого продукта;

5 – поршневой дозатор дисперсного сырья; 6 – источник

питания плазматрона; 7 – кран выгрузки целевого продукта

электродугового плазмотрона 26,4 кВт; расход плазмообразующего газа аргона 2 м³/ч; энтальпия потока плазмы 4,7 кВтч/м³; расход транспортирующего газа аргона 0,5 м³/ч; расход прекурсора 1 кг/ч.

Третья глава посвящена синтезу и изучению свойств порошков титана из губки, полученных методом СВС-гидрирования и дегидрирования.

Для исследования горения титановой губки в водороде были проведены эксперименты, снятые на камеру. На рисунке 4 представлены кадры горения.

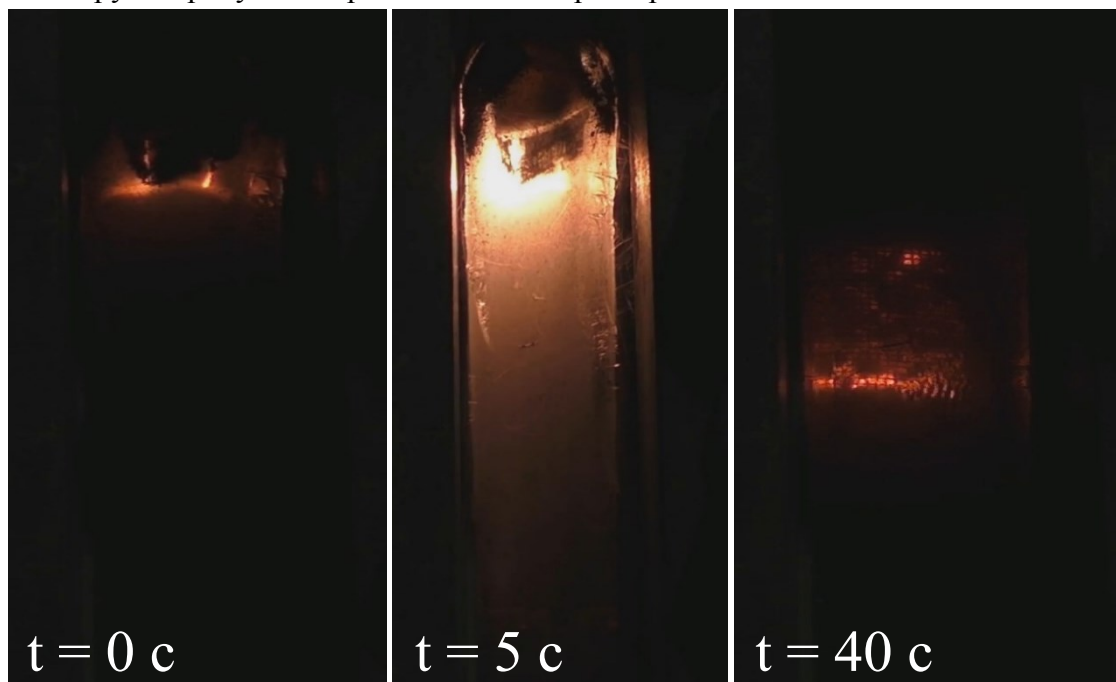


Рисунок 4 – Кадры горения титановой губки в атмосфере водорода

При анализе кадров горения было отмечено, что СВС-гидрирование ($P_{H_2} = 20$ атм) титановой губки проходило в несколько этапов. На первом этапе происходит инициирование горения с помощью подачи напряжения на спираль, что считалось началом отсчета ($t = 0$ с). Второй этап заключался в горении порошка для поджига (визуальное разгорание), которое начинается спустя 4-5 секунд с момента нагрева спирали и продолжается около 5-6 секунд. Третий этап стационарное горение титановой губки, где за счет теплопередачи волна экзотермического превращения распространяется послойно. После наступает стадия объемного догорания с

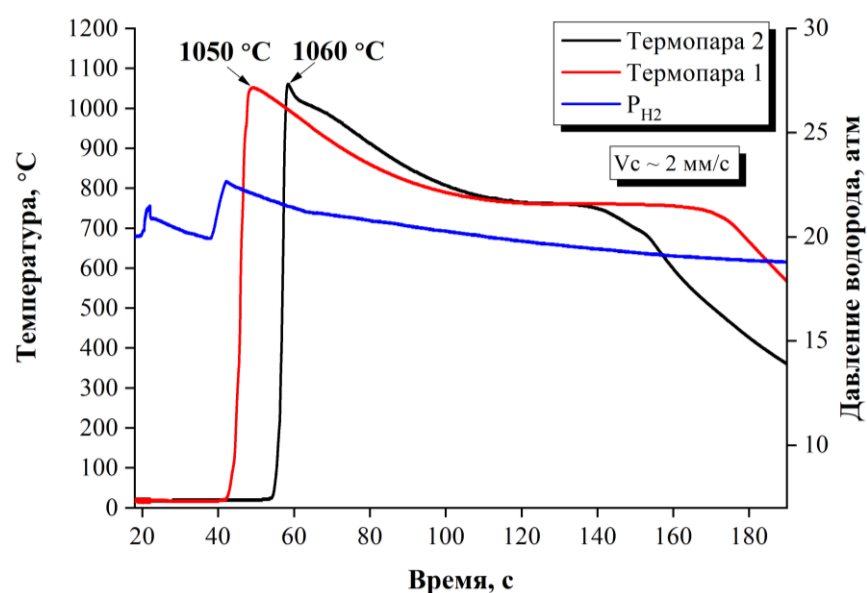


Рисунок 5 – Термограмма горения титановой губки в водороде

медленным поглощением водорода, которую проводят при поддержке давления водорода ($P_{H_2} = 10$ атм) в реакторе за счет непрерывной подачи водорода.

В результате измерения температур горения титановой губки в водороде (рисунок 5) при давлении 20 атмосфер установлено, что температура горения составляет 1050-1060 °C, а скорость горения 2 мм/сек. Полученные значения коррелирует с расчетными данными, полученными в программе «Thermo». Анализ термограммы

показал, что при горении наблюдается относительно быстрый рост температуры, достижение максимума и затем медленное снижение температуры. Было отмечено, что после прохождения горения температура плавно падает до 750 °С, после чего образуется температурное плато. Предполагается, что в это время происходит догорание и образование гидроксида титана.

На основании проведённых экспериментов был предложен механизм горения титановой губки в водороде при давлении 2 МПа (рис. 6). 1 – прохождение волны горения по поверхности губки с формированием твердого раствора водорода в титане; 2 – диффузия водорода с поверхности вглубь и образование твердого раствора водорода в титане по всему объёму, 3 – образование гидроксида титана (~ 750 °С), когда процесс образования TiH_2 начинает преобладать над процессом диссоциации.

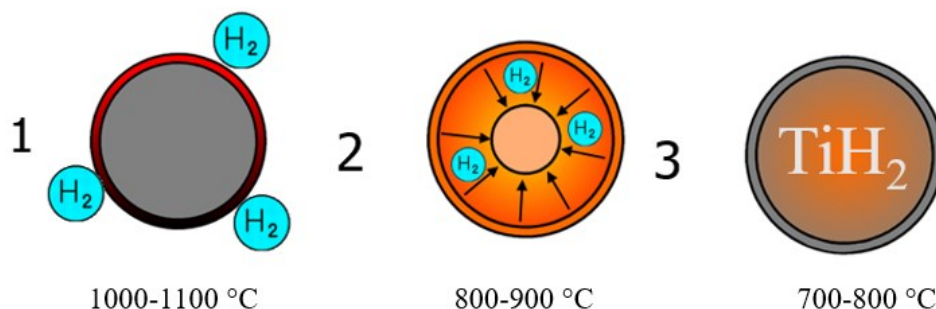


Рисунок 6 – Схематическое изображение механизма горения титановой губки в водороде: 1 – инициирование, 2 – горение, 3 – догорание (догидрирование)

В результате СВС-гидрирования титановой губки был получен гидрид титана с содержанием водорода 4,2 масс. %. Предполагается, что повышенное содержание водорода связано с концентрационной диффузией, вызванной высоким давлением водорода (20 атмосфер) в реакторе при синтезе. Исследование режимов механического измельчения гидроксида титана (масса измельчаемой губки 100 грамм, скорость вращения барабана 90 об/мин, время измельчения 5-60 мин, соотношение массы губки к мелющим телам 1:10) показало, что получение мелкодисперсного порошка гидроксида титана со средним размером частиц 40 мкм возможно при времени измельчения 30 мин. Более длительное измельчение приводит к загрязнению железом вследствие намола от мелющих тел. После измельчения порошки были разделены на четыре фракционных состава, которые были обозначены как №1, №2, №3, №4 и обладали следующим средним размером частиц 115, 65, 40 и 30 мкм соответственно. В ходе исследования было установлено, что размер частиц влияет на параметры выделения водорода в процессе дегидрирования (таблица 2).

Таблица 2 – Изменение параметров выделения водорода в процессе дегидрирования

Образец (средний размер частиц, мкм)	Масса образца, грамм	Температура начала выделения водорода, °С	Время выделения водорода, мин	Изменение массы, %
№1 (115)	20	555±5	25	-3,1
№2 (65)		550±5	27	-3,6
№3 (40)		540±5	29	-4,1
№4 (30)		520±5	30	-4,2

В ходе проведения дегидрирования было обнаружено, что при нагреве до температур 300-400 °С начинается процесс разложения гидроксида титана и выделение водорода. Однако дегидрирование в этом случае не проходит полностью даже при высоких температурах 1000-1100 °С. С целью снижения температуры процесса дегидрирования применяют вакуумирование. Начало десорбции водорода образца №4, который обладает наименьшим размером частиц, происходит уже при температуре 520 °С. В случае более крупных образцов №2 и №3 температура начала выделения водорода 550 и 540 °С соответственно. Можно предположить, что с увеличением размера частиц требуется больше тепла для начала выделения водорода.

Из гистограмм распределения частиц по размерам, представленных на рисунке 7 видно, что после термического разложения гидроксида титана размер частиц уменьшается на 28, 26, 10 и 6 %. Предположительно, что после удаления водорода, частицы титана под воздействием температуры стремятся восстановить исходную структуру, что приводит к уменьшению их объема. Особенно, это явление заметно на порошковых образцах №1 и №2, где частицы обладают большим размером в сравнении №3 и №4.

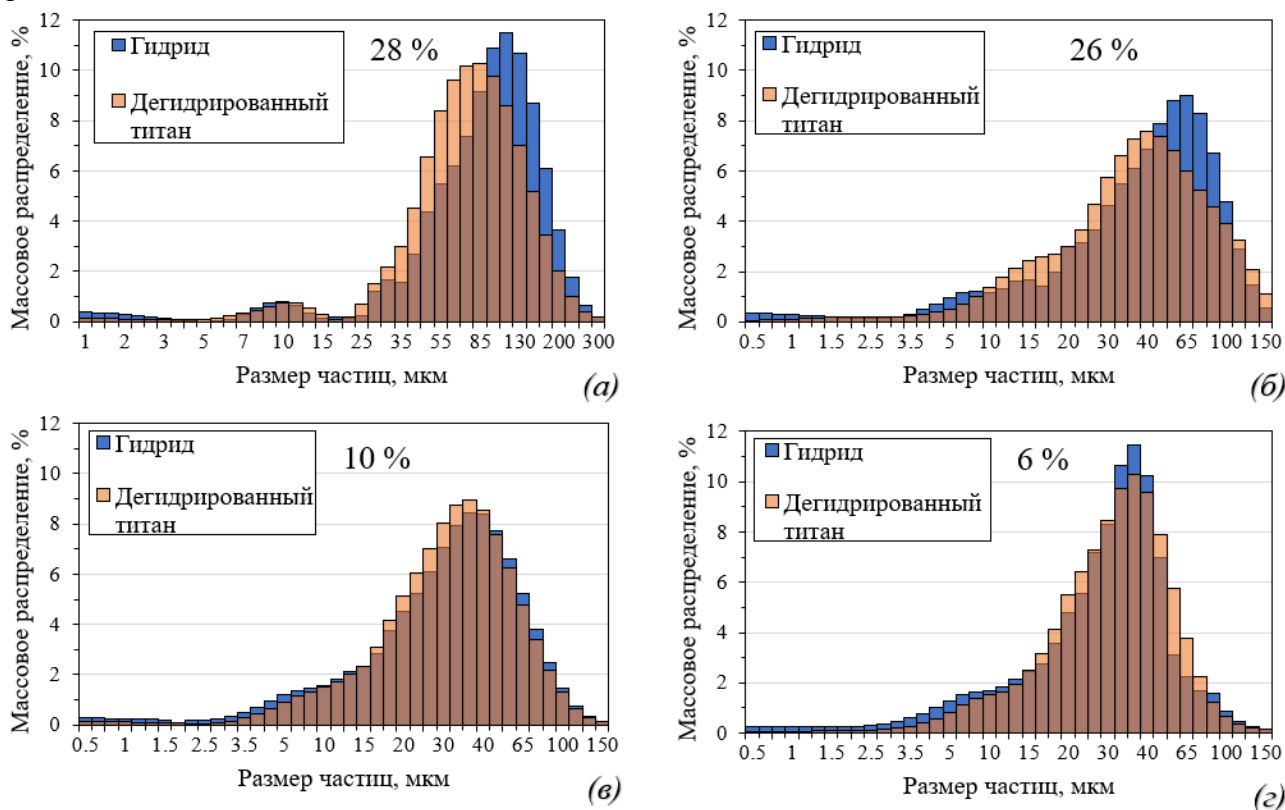


Рисунок 7 – Гистограммы распределения частиц порошка титана по размерам до и после дегидрирования: (а) №1, (б) №2, (в) №3, (г) №4

На рисунке 8 (СЭМ изображения) представлен общий вид полученных порошков титана. Видно, что частицы гидроксида имеют неправильную осколочную форму. Данная морфология характерна для порошков, полученных по технологии гидрирования-дегидрирования.

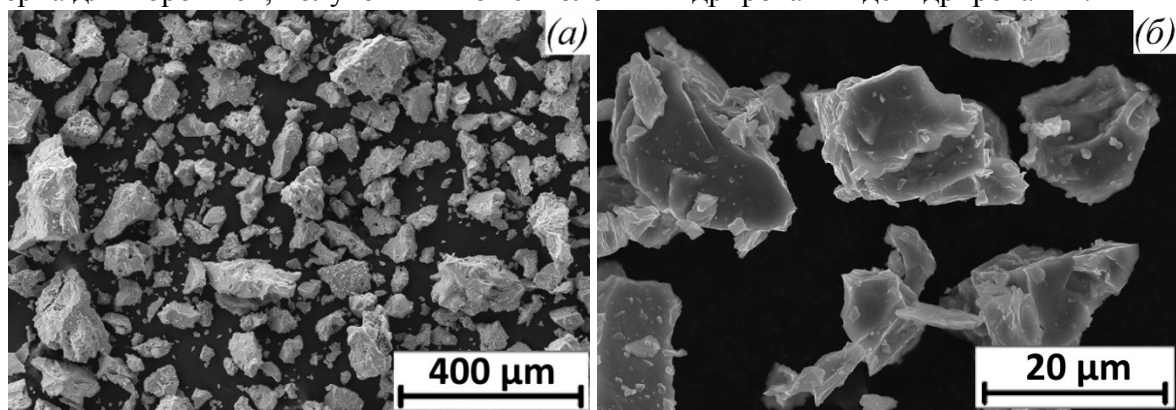


Рисунок 8 – Общий вид дегидрированного порошка титана:
(а) увеличение $\times 500$, (б) увеличение $\times 2500$

Качество изделий, изготовленных из титановых порошков, напрямую зависит от чистоты исходных порошков. Поэтому важно поддерживать содержание основных примесей на минимальном уровне. Из результатов химического анализа (таблица 3) исследуемых порошков титана установлено, что порошковые образцы крупной фракции содержат большее количество остаточного водорода (0,2 масс. %) в сравнении с тонкой фракцией (0,06 масс. %). Это означает, что для образцов №1 и №2 выбранный режим дегидрирования менее эффективен.

Таблица 3 – Содержание основных примесных элементов в исследуемых порошковых образцах

Образец (средний размер частиц)	Содержание элементов, масс. %					
	C	N	O	Fe	H	Σ
Гидрид титана	0,09	0,35	0,26	0,035	4,2	4,93
№1 (82)	0,13	0,30	0,27	0,035	0,20	0,93
№2 (48)	0,14	0,29	0,25	0,050	0,13	0,86
№3 (36)	0,13	0,15	0,22	0,070	0,08	0,65
№4 (28)	0,14	0,02	0,22	0,080	0,06	0,52

По результатам проведенных экспериментальных исследований установлено, что плазменная обработка дегидрированного порошка титана приводит к значительному изменению морфологии частиц и получению продукта с высокой степенью сфероидизации (рис. 9).

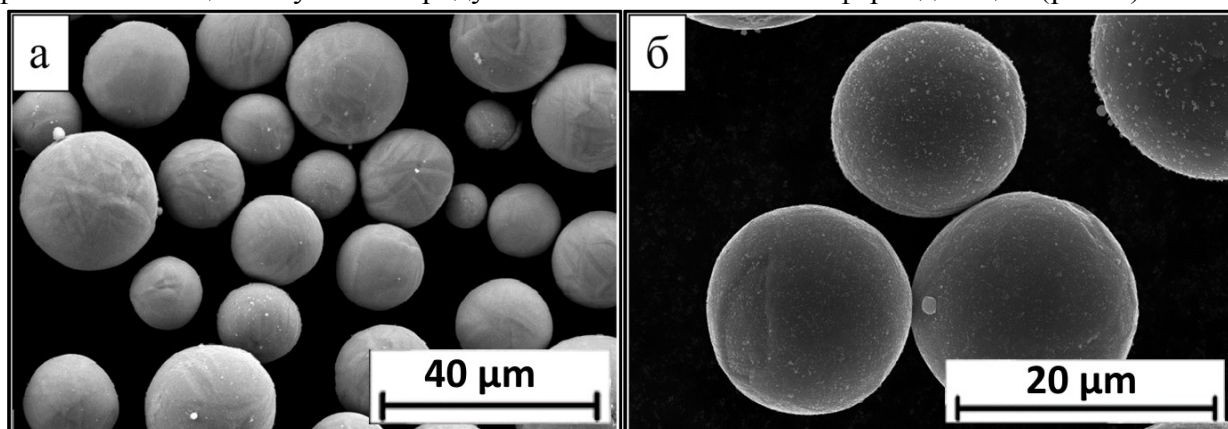


Рисунок 9 – СЭМ-изображение дегидрированного порошка титана после плазменной обработки: (а) увеличение $\times 2500$, (б) увеличение $\times 7500$

По результатам химического анализа содержание примесей в продукте плазменной сфероидизации находится на уровне дегидрированного титана: водород 0,07 масс. %, углерод 0,08 масс. %, железо 0,08 масс. %, кислород 0,3 масс. % и азот 0,15 масс. %. Технологические свойства сфероидизированных порошков представлены в таблице 4.

Таблица 4 – Технологические свойства исследуемых образцов

Вид образца	Средний размер частиц, мкм	Насыпная плотность, г/см ³	Удельная поверхность, м ² /г	Текучесть, с/50 г
Гидрид после измельчения	42	1,30	0,6	Отсутствует
Порошок после дегидрирования	40	1,46	0,8	
Порошок после сфероидизации	45	2,54	0,12	30

Благодаря плазменной обработке частицы порошка титана приобретают сферическую форму, в связи с чем появляется текучесть величиной 30 с/50 г.

Четвертая глава посвящена разработке метода получения и изучению свойств порошков на основе титана из титановой стружки методом СВС-гидрирования и термического дегидрирования.

На основе литературных данных и в ходе серии экспериментов была разработана схема (рис. 10) процесса СВС-гидрирования титановой стружки. Особенностью данной схемы процесса является размещение спрессованной титановой стружки в центре реактора, а по краям обсыпается титановая губка. В этом случае волна горения проходит по всей засыпке без затухания. Применение титановой стружки в качестве исходного материала значительно снижает стоимость производства, так как стоимость стружки в 10 раз ниже стоимости губки. В дополнении к этому,

предложенный способ позволяет решить проблему с утилизацией отходов (стружки). Прессование

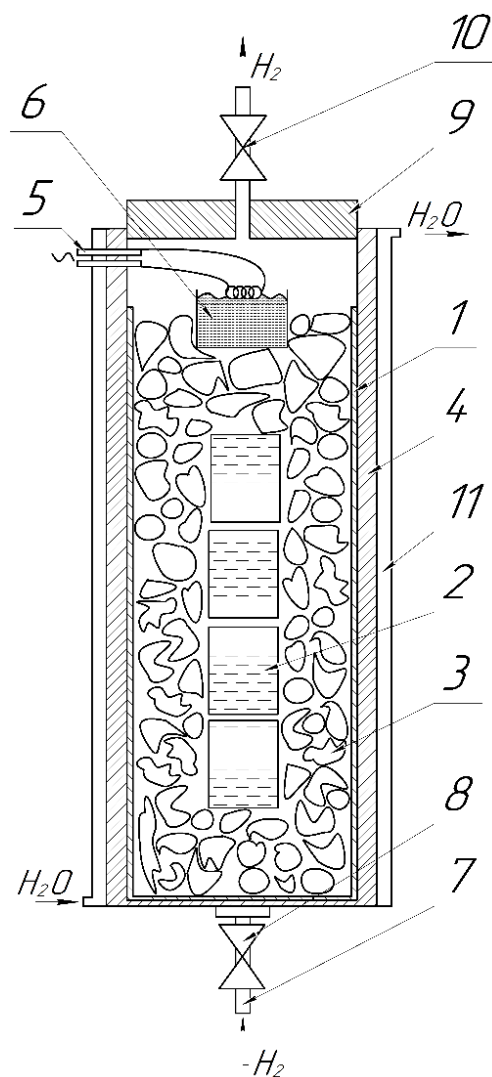


Рисунок 10 – Схема СВС-гидрирования титановой стружки: 1 – реакционный газопроницаемый стакан, 2 – прессованная титановая стружка, 3 – титановая губка, 4 – корпус реактора, 5 – электровводы, 6 – бумажный конверт с мелкодисперсным порошком титана, 7 – газопровод, 8 – нижний вентиль, 9 – крышка реактора, 10 – верхний вентиль, 11 – охлаждение

титановой стружки проводили с целью повышения теплопроводности. Прессование стружки до относительной плотности менее 0,3 приводит к разрушению брикета после извлечения из пресс-формы. Для прессования до относительной плотности более 0,55 необходимо прилагать большие давления в процессе прессования, что снижает эффективность метода. Использование смеси спрессованной титановой стружки и титана губчатого менее 50 масс. %, не обеспечивает стабильность процесса горения, что приводит к затуханию. При использовании смеси спрессованной титановой стружки и титана губчатого более 70 масс. % доля стружки низкая, что снижает экономический эффект способа. Применение спрессованной титановой стружки с титаном губчатым в количестве 50-70 масс. % приводит к получению насыщенного водородом продукта, который легко измельчается до нужной дисперсности без изменения химического состава. Начальное давление водорода в реакторе более 2 МПа обеспечивает стабильность процесса инициирования, более низкое давление может привести к срыву горения. Давление водорода более 1 МПа при СВС обеспечивает полноту процесса горения, что приводит к получению насыщенного водородом продукта, меньшее давление может привести к срыву горения или получению непрореагировавшего продукта. Полученный продукт представляет собой гидрид титана в виде губки и спрессованной стружки, которая легко отделяется друг от друга. Далее стружку и губку измельчают в шаровой мельнице в течение 30 минут с получением порошка гидрида титана с размером частиц 20-80 мкм. Размер частиц регулируется временем измельчения. Данное распределение частиц наиболее востребовано в порошковой металлургии титана.

Изучение результатов РФА порошка гидрида титана (рис. 11, а), полученного из стружки титана ВТ1-0, показало, что синтезированный гидрид имеет δ -фазу с гранцентрированной кубической решеткой (ГЦК), с параметром $a = 4.417 \text{ \AA}$. Известно, что параметры решетки гидрида титана увеличиваются с повышением в нем концентрации водорода и может достигать для ГЦК $a = 4.454 \text{ \AA}$. Также из диаграммы состояния титан-водород следует, что у гидрида титана существует более богатая водородом тетрагональная модификация ϵ -фаза. Несмотря на одинаковые условия СВС-гидрирования титановой губки и стружки, губка обладает тетрагональной решеткой (рис. 11, б), которая характеризуется большим содержанием водорода в сравнении с ГЦК. Основным отличием губки от стружки является размер и состояние поверхности. Изучение поверхности титановой стружки ВТ1-0 до гидрирования (рис. 12, а) показало, что она характеризуется практически гладкой глянцевой поверхностью.

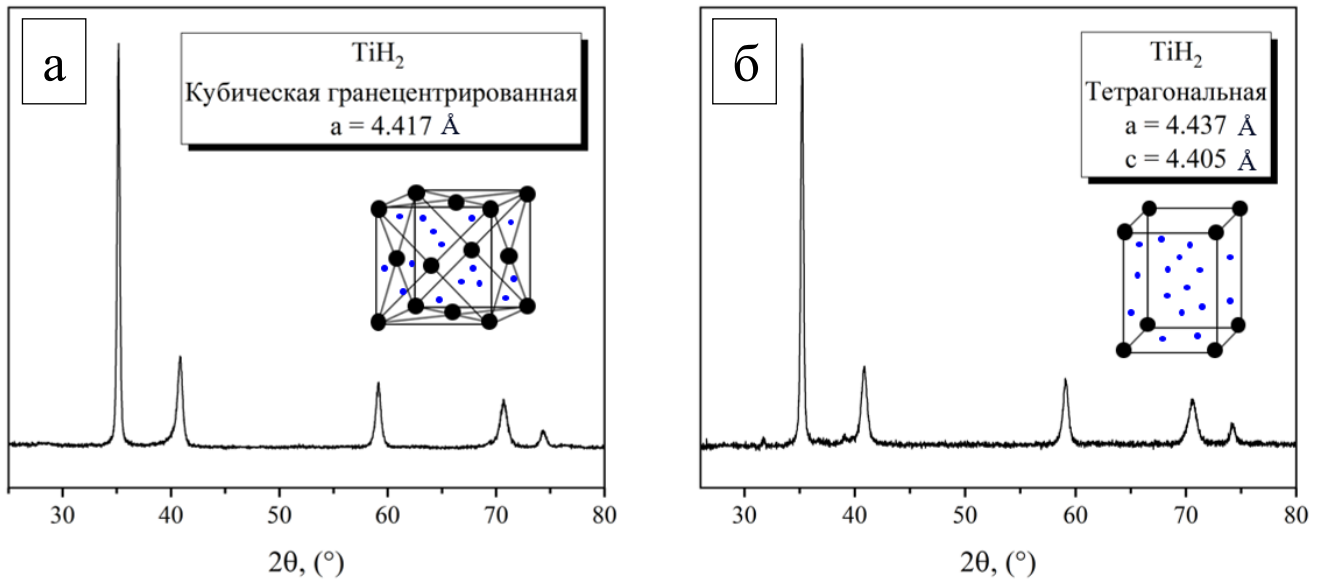


Рисунок 11 – Рентгенофазовый анализ исследуемых порошков гидрида титана:
 (а) титановая стружка VT1-0, (б) титановая губка

На основании анализа структуры поверхности титановой губки (рис. 12б) был сделан вывод, что ее развитая пористая поверхность способствует более эффективной адсорбции водорода в процессе СВС-гидрирования, что объясняет большее содержание водорода в губке по сравнению со стружкой. Несмотря на меньшее содержание водорода в стружке, она обладала достаточной хрупкостью, что позволило легко измельчить ее в мелкодисперсный порошок.

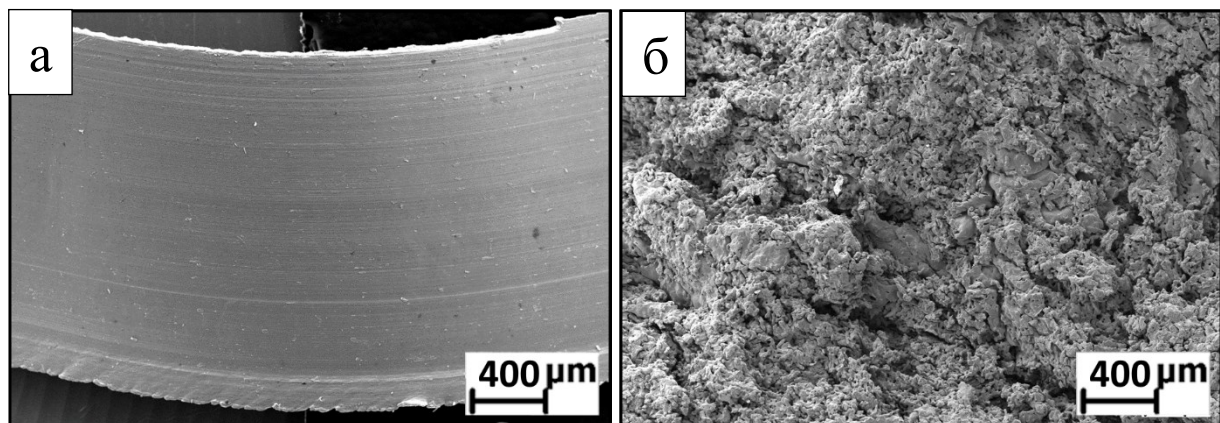


Рисунок 12 – Поверхность исходных титановых материалов:
 (а) титановая стружка VT1-0, (б) титановая губка

Далее измельченная стружка VT1-0 подвергалась термическому дегидрированию. Процесс дегидрирования и его режимы были аналогичны режиму дегидрирования гидрида титана, полученного из губки. Результаты химического анализа исследуемых материалов, полученных из стружки представлены в таблице 5. Содержание водорода в порошке гидрида титана, полученного из стружки VT1-0 составило 4,05 масс. %. Установлено, что после СВС-гидрирования увеличилось содержание примеси кислорода (до 0,42 масс. %). Кислород, присутствующий в газообразном водороде и остаточный воздух в реакторе являются основными источниками загрязнения.

Таблица 5 – Содержание основных примесей в исследуемых порошках, полученных из стружки VT1-0

	Примеси, масс. %		
	Водород	Кислород	Углерод
Порошок TiH ₂	4,05	0,42	0,04
Порошок Ti	0,0075	0,59	0,04

На рисунке 13 представлены микрофотографии порошка ВТ1-0 после дегидрирования. Частицы сохранили полигональную осколочную форму и имеют размер 20-40 мкм.

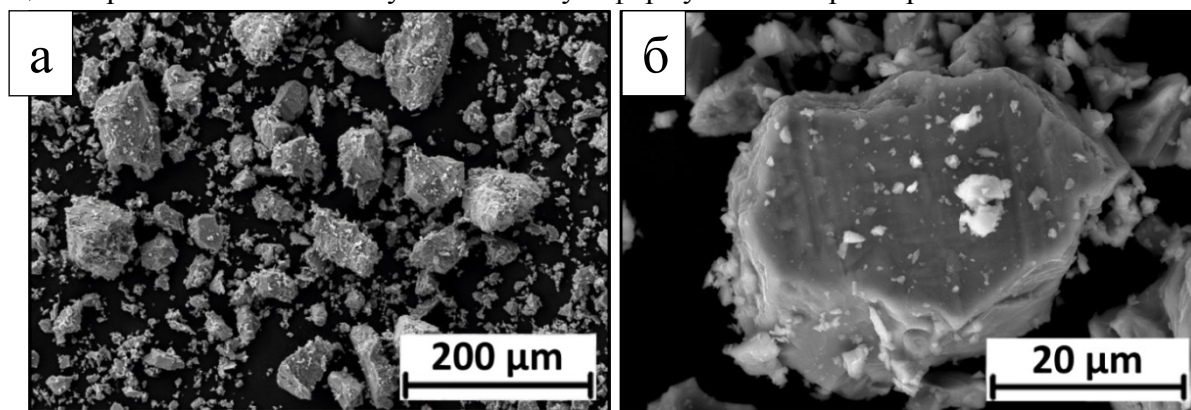


Рисунок 13 – SEM изображения частиц дегидрированного титана, полученных из стружки ВТ1-0: (а) увеличение $\times 500$, (б) увеличение $\times 2500$

Для получения порошка из стружки ВТ6 использовали схему, аналогичную той, что применялась для получения порошка из ВТ1-0. Основными легирующими элементами сплава ВТ6 являются алюминий и ванадий, ввиду чего его фазовый состав, структура и свойства отличаются от чистого титана (ВТ1-0). В связи с этим было исследовано, как изменяются основные характеристики ВТ6 в процессе получения порошка методом СВС-гидрирования и термического дегидрирования.

Исследование исходного прутка ВТ6 показало, что фазовый состав (рис. 14а) представлен преимущественно α -фазой с небольшой долей ($\sim 10\%$) β -фазы, что характерно для ВТ6.

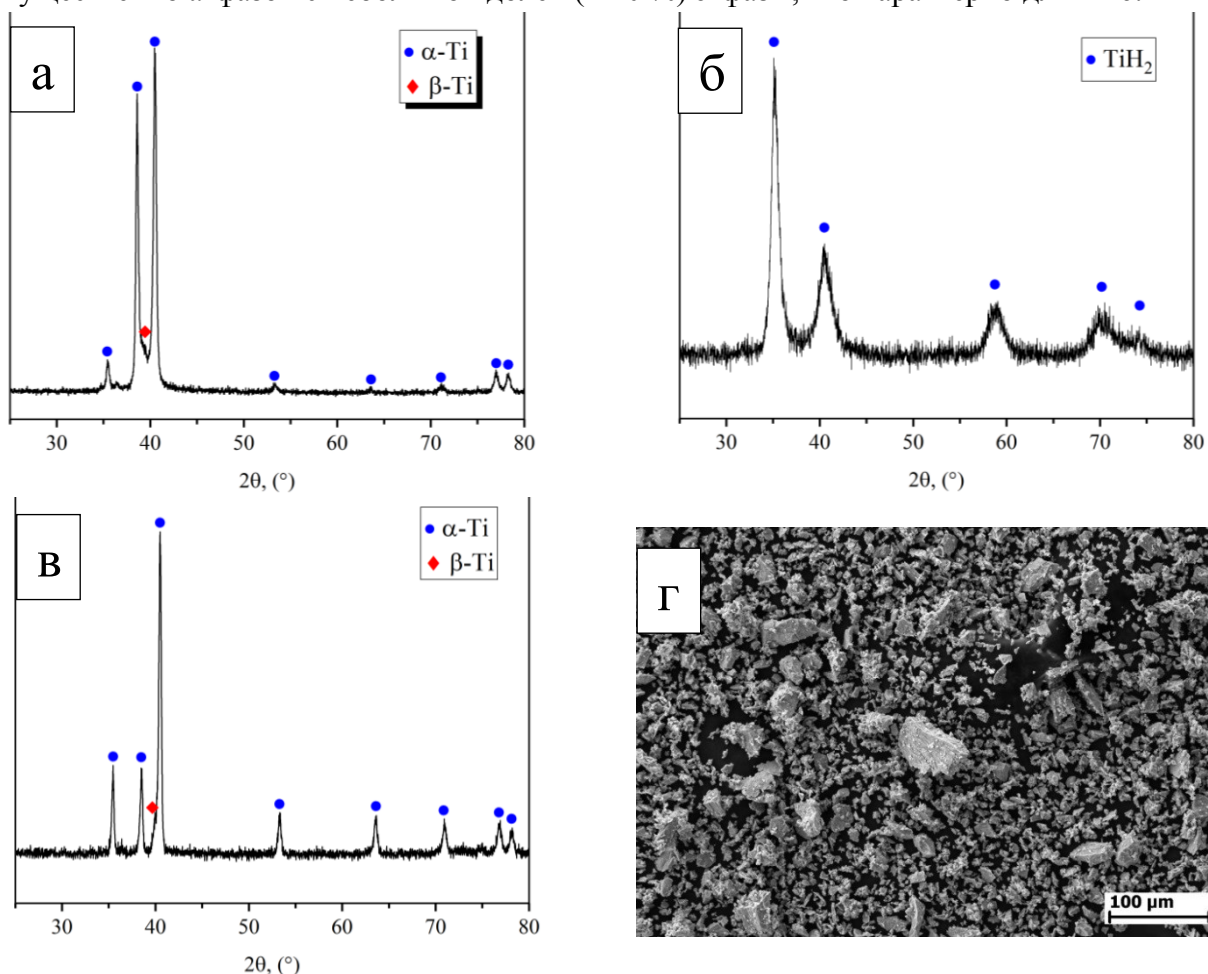


Рисунок 14 – (а) РФА исходного прутка ВТ6, (б) РФА порошка после СВС-гидрирования и измельчения, (в) РФА порошка после дегидрирования, (г) морфология порошка после дегидрирования

Анализ результатов РФА (рис. 14б) показал образование однофазного гидрида, что свидетельствует о полном завершении процесса гидрирования и достижения высокой концентрации водорода в сплаве ВТ6. На (рис. 14в) представлены результаты РФА порошка, полученного после термического дегидрирования гидрида ВТ6 при температуре 750 °С. Установлено, что фазовый состав порошка соответствует фазовому составу исходного прутка. Морфология частиц дегидрированного порошка (рис. 14г) осталась неизменной: частицы сохранили полигональную осколочную форму.

Результаты химического анализа исследуемых материалов ВТ6 представлены в таблице 6. Содержание водорода в порошке гидрида титана, полученного из стружки 3,4 масс. %. Содержание углерода, алюминия и ванадия в процессе СВС-гидрирования и дегидрирования существенно не изменилось.

Таблица 6 – Содержание основных примесей в порошках ВТ6, полученных из стружки

	Примеси, масс. %				
	Водород	Кислород	Алюминий	Ванадий	Углерод
Порошок гидрида ВТ6	3,4	0,2	5,10	3,8	0,06
Порошок ВТ6	0,025	0,57	5,25	3,9	0,05

В результате методом СВС-гидрирования и дегидрирования из стружки ВТ6 был получен порошок со средним размером частиц 40 мкм. Установлено, что метод позволяет получать порошки из титановых сплавов с требуемым качеством, а применение стружки в качестве исходного сырья позволяет решить проблему с утилизацией титановых отходов.

Пятая глава посвящена практическому применению порошков титана, полученных методом СВС-гидрирования и термического дегидрирования. А также оценке экономической эффективности метода.

Порошок гидрида титана, полученный СВС-гидрированием, использовался для

изготовления образцов пористого титана. Пористый титан представляет собой уникальный и востребованный материал, сочетающий низкую плотность и высокие функциональные свойства. В работе пористый титан был получен методами порошковой металлургии из смеси порошков гидрида титана TiH_2 и порообразователя (бикарбоната аммония NH_4HCO_3). Спекание проводили в вакууме и аргоне при 1150 и 1200 °С. Исследованы механические свойства при испытании на сжатие образцов различной пористости (таблица 7). Общий вид и характерная микроструктура пористого титана после спекания приведена на рисунке 15. Показано, что изменение объемной доли бикарбоната аммония от

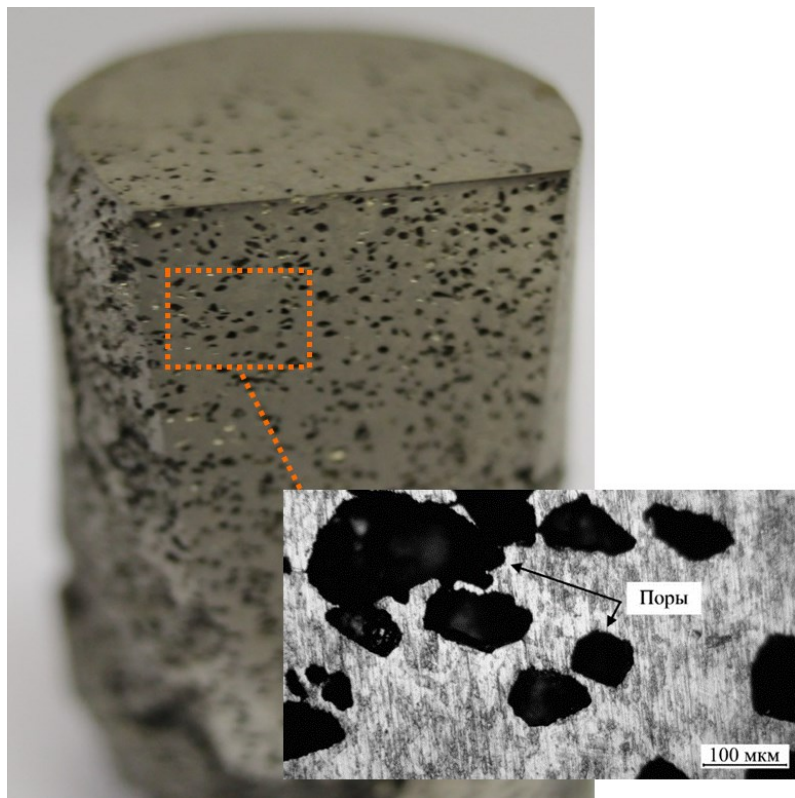


Рисунок 15 – Общий вид и характерная микроструктура спеченного пористого титана, изготовленного из порошка TiH_2

0 до 60 % позволяет регулировать пористость образцов титана от 3 до 59 %. Предел прочности на сжатие пористого

титана снижается с 1400 до 110 МПа при увеличении пористости с 7,9 до 56,1 %. Наибольший модуль упругости (49,5 ГПа) достигнут у образцов с пористостью 7,9 %, спеченных в аргоне при 1200 °С. Установлено, что модуль упругости при сжатии пористого титана снижается с 49,5 до 4,5 ГПа при увеличении пористости с 3 до 59 %. При этом среда и температура спекания не оказывают существенного влияния на модуль упругости: он изменяется на ≈ 10 %. Варьированием содержания порообразователя можно получать титановые изделия различной пористости с необходимыми механическими свойствами. Полученные пористые образцы можно использовать в качестве поглотителя энергии благодаря высокой удельной прочности.

Таблица 7 – Пористость, предел прочности на сжатие и модуль упругости пористого титана, полученного спеканием в различных условиях

Доля порообразователя, %	Характеристики	Спекание в вакууме		Спекание в аргоне	
		1150 °С	1200 °С	1150 °С	1200 °С
0	Общая пористость, %	3,0	3,0	12,6	7,9
	Предел прочности σ_b , МПа	1407	1449	1117	1387
	Модуль упругости E, ГПа	45	40,5	45,5	49,5
10	Общая пористость, %	9,9	9,8	13,8	12,7
	Предел прочности σ_b , МПа	1063	1146	795	980
	Модуль упругости E, ГПа	43	46,5	38,5	46,5
20	Общая пористость, %	17,6	15,8	19,3	19,4
	Предел прочности σ_b , МПа	779	829	766	851
	Модуль упругости E, ГПа	36,8	42	31	27
30	Общая пористость, %	25,6	25,8	27,7	28,2
	Предел прочности σ_b , МПа	496	493	570	567
	Модуль упругости E, ГПа	30,5	29,5	28,5	22,5
60	Общая пористость, %	59,3	57,6	59,0	56,1
	Предел прочности σ_b , МПа	110	31	59	123
	Модуль упругости E, ГПа	3,9	2	2	4,5

Титан занимает среди элементов лидирующее место в процессах СВС, так как входит в состав большинства продуктов СВС. В связи с чем получаемый порошок титана в процессе СВС-гидрирования и дегидрирования был использован в экспериментах СВС. Методом СВС-компактирования получены сплавы никелида титана из порошковой смеси никеля и титана. Результаты исследования влияния газовых примесей в исходных порошковых компонентах и параметров СВС на фазовый состав, микроструктуру и свойства сплавов никелида титана представлены в таблице 8 и на рисунке 16.

Таблица 8 – Характеристики сплавов никелида титана

Исходный порошок титана	U_r , см/с	T_r , °С	Фазовый состав		O в сплаве масс. %	H в сплаве масс. %	HV, ГПа
			NiTi, %	Вторичные фазы			
Коммерческий ПТМ	0,5	1400	40	NiTi ₂ , Ni ₃ Ti	0,5	0,07	7,8
СВС-гидрирование и дегидрирование	0,25	1400	85	NiTi ₂	0,48	0,02	6,2

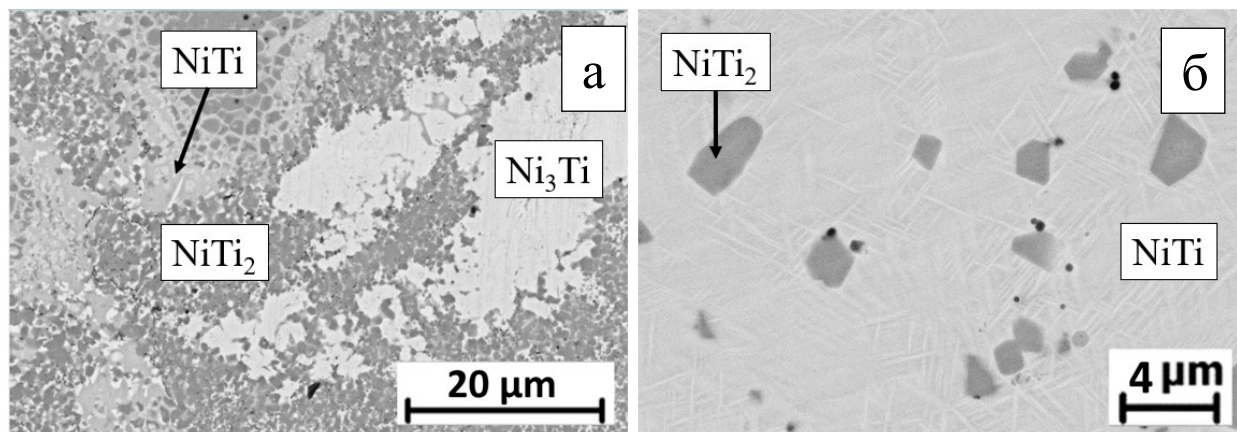


Рисунок 16 – Микроструктура сплава NiTi: (а) из коммерческого порошка Ti, (б) из порошка Ti, полученного методом СВС-гидрирования и дегидрирования

Показано, что максимальное содержание фазы NiTi (85 %) в сплаве достигается при температуре горения (1400 °С) и минимальном содержании кислорода (0,55 масс. %) и водорода (0,14 масс. %) в порошковом титане. Сплав с максимальным содержанием фазы NiTi обладает минимальной микротвердостью (HV = 6,2 ГПа). Полученные компактные образцы диаметром 70 мм и толщиной 8 мм можно использовать в качестве мишеней для магнетронного напыления, а также полуфабрикатов для дальнейшей переработки. Проведенное исследование подтверждает возможность применения титановых порошков, полученных методом СВС-гидрирования, и демонстрирует их высокую эффективность.

Для оценки экономических преимуществ технологии СВС-гидрирования и дегидрирования для получения порошка титана были проведены упрощенные экономические расчеты. Основными затратами при производстве порошка титана методом гидрирования-дегидрирования являются расходы на исходное сырье и электроэнергию. Применение метода СВС позволяет значительно снизить расход электроэнергии на этапе синтеза гидроксида. В ходе расчетов было установлено, что внедрение СВС в технологию гидрирования-дегидрирования снижает производственные расходы на **14 %** (рис. 17). Кроме того сокращается время производства порошка титана **в 6 раз**.

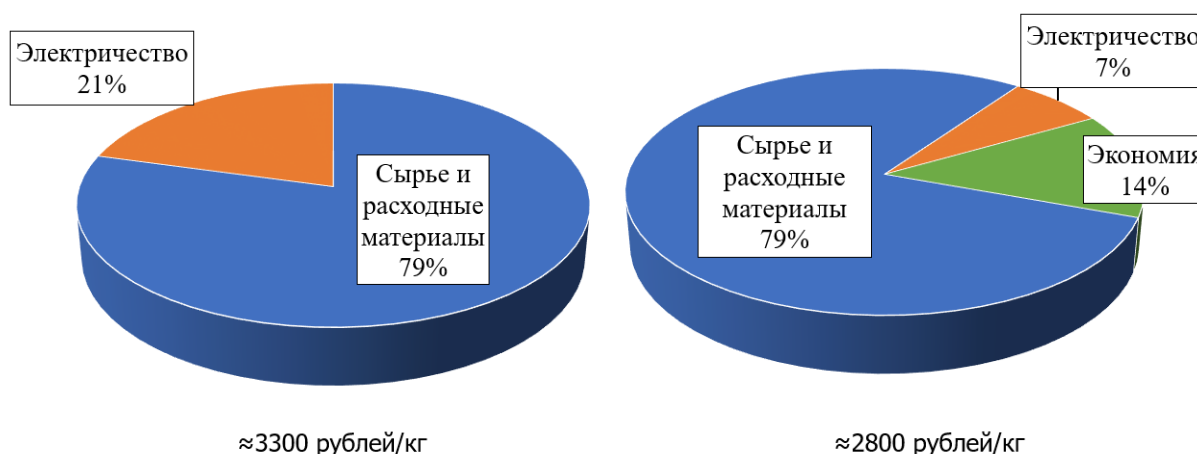


Рисунок 17 – Основные расходы для производства 1 кг титанового порошка методом гидрирования дегидрирования в печи и методом СВС-гидрирования и дегидрирования

Применение в качестве исходного сырья более дешевой титановой стружки позволяет существенно снизить производственные затраты. В этом случае при средней цене за стружку титана в 200 рублей/кг производственные затраты составляют всего **900 рублей/кг**.

Основные результаты работы и выводы

1. Определены параметры горения СВС-гидрирования титановой губки и экспериментально установлена температура экзотермической реакции горения титановой губки в водороде 1050-1060 °С и скорость горения 2 мм/с. На основании полученных данных был предложен механизм горения титановой губки в процессе СВС-гидрирования при давлении водорода 2 МПа: волна горения распространяется за счет теплопередачи по поверхности губки, в первую очередь в зоне реакции образуется твердый раствор водорода в титане на поверхности губки, далее водород за счет диффузии проникает вглубь губки, образуется твердый раствор водорода в титане по всему объему губки, образование TiH_2 происходит на стадии догидрирования, когда губка остывает до температуры ~ 750 °С и процесс образования TiH_2 преобладает над процессом дегидрирования.

2. Установлена зависимость размера частиц гидрида титана от времени механического измельчения и соотношения мелющих тел к губке. Гидрид титана из губки измельчается до мелкодисперсного порошка со средним размером частиц 40 мкм в среднем за 30 мин. Содержание примеси железа во время механического измельчения увеличивается на 0,01-0,10 масс. %. Частицы гидрида титана имеют неправильную осколочную форму. Установлено влияние размера частиц гидрида титана на процесс термического дегидрирования. Режим дегидрирования порошка гидрида титана при 750 °С оптимален для тонкой фракции со средним размером частиц 30-40 мкм. Также в процессе термического разложения гидрида титана происходит значительное уменьшение среднего размера частиц порошка на 6-28 % в зависимости от образца. Дегидрирование при 750 °С не влияет на форму частиц, они сохранили исходную неправильную осколочную форму.

3. Изучена морфология и химический состав получаемых порошков и по результатам химического анализа, полученный гидрид титана содержит повышенное содержание водорода 4,2 масс. %, что вызвано высоким давлением водорода при синтезе. Обнаружена зависимость, согласно которой крупные порошковые образцы содержат большее количество газовых примесей (водород, азот, кислород – Σ 0,77 масс. %) по сравнению с тонкой фракцией (Σ 0,30 масс. %). Это вызвано тем, что тонкая фракция при выбранном режиме подвергается более полному дегидрированию и дегазации порошка. Определены технологические свойства дегидрированных порошков: средний размер частиц 30-100 мкм, насыпная плотность 1,16-1,74 г/см³, удельная поверхность 0,6-0,9 м²/г, текучесть отсутствует. Характеристики полученных порошков соответствуют требованиям для их применения в порошковой металлургии.

4. Установлены особенности сфероидизации порошков титана, полученных из титановой губки. В процессе изготовления сферических порошков в конечном продукте удалось добиться следующего содержания примесей: водород 0,07 масс. %, углерод 0,08 масс. %, азот 0,15 масс. %, кислород 0,30 масс. %, железо 0,08 масс. %. Технологические характеристики сфероидизированного продукта: насыпная плотность 2,54 г/см³, удельная поверхность 0,12 м²/г, текучесть 30 с/50 г. Показана возможность получения сравнительно недорогих порошков титана со сферической формой частиц.

5. Разработана схема СВС-гидрирования титановой стружки (ВТ1-0, ВТ6) в реакторе СВС. Впервые установлено, что для успешного горения титановой стружки в водороде в режиме СВС требуется предварительное прессование стружки до относительной плотности 0,3-0,5. Это обеспечивает необходимую теплопроводность для эффективного протекания процесса СВС-гидрирования и получения хрупкого гидрида, равномерно распределенного по всему объему титановой стружки. Установлено, что после СВС-гидрирования титановая стружка имеет δ -фазу, а титановая губка более насыщенную водородом ϵ -фазу. Такое различие вызвано меньшим содержанием водорода в стружке ввиду менее развитой поверхности стружки и меньшей площади для адсорбции водорода. Содержание водорода в порошке гидрида титана, полученного из стружки (ВТ1-0), составило 4,05 масс. %. Последующая термическая обработка в вакууме

позволила получить порошок титана с α -фазой и осколочной морфологией. Методом СВС-гидрирования и дегидрирования был получен порошок титана из стружки (ВТ6), который соответствуют характеристикам сплава ВТ6, с содержанием основных примесей: водород 0,025 масс. %, углерод 0,05 масс. %, кислород 0,57 масс. % и легирующих элементов: алюминий 5,25 масс. %, ванадий 3,9 масс. %.

6. Определены режимы спекания, прочность на сжатие и модуль упругости пористого титана с различной пористостью (3-59 %), максимальные значения которых составляют 1450 МПа и 45 ГПа. Полученные пористые образцы могут быть использованы в качестве поглотителя энергии благодаря высокой удельной прочности.

СВС-компактированием был синтезирован сплав никелида титана, где в качестве элементарного титана использовали титан, полученный СВС-гидрированием и дегидрированием. Изучено влияние содержания кислорода и водорода в исходных порошковых смесях на параметры СВС, фазовый состав, структуру и микротвердость сплавов никелида титана. Показано, что максимальное содержание фазы NiTi (85 %) в сплаве наблюдается при более высокой температуре горения (1400 °С) и минимальном содержании кислорода (0,35 масс. %) и водорода (0,07 масс. %) в порошковом титане. Было отмечено, что применение порошка титана, полученного СВС-гидрированием и термическим дегидрированием, позволяет получать продукт с минимальным значением примесей и максимальным содержанием необходимой фазы NiTi.

Определено, что благодаря сочетанию энергоэффективности метода и применения дешевого сырья стоимость производимых порошков в 2-9 раз меньше по сравнению с аналогами.

Статьи, опубликованные в журналах, рекомендованных ВАК и входящие в базы данных Web of Science и Scopus:

1. **Cherezov, N.P.** Preparation of titanium powder from chips by self-propagating high-temperature synthesis hydrogenation and thermal dehydrogenation. / N.P. Cherezov, M.I. Alymov // Powder Metallurgy. – 2024. – Vol. 67. – No. (4-5). – P. 237-245. DOI: 10.1177/00325899231214681.

2. **Черезов, Н.П.** Получение сферических порошков титана из титановой губки методом СВС-гидрирования, термического дегидрирования и плазменной сфероидизацией. / Н.П. Черезов, А.А. Фадеев, А.В. Самохин, М.И. Алымов // Авиационные материалы и технологии. – 2024. – №2 (75). – С. 66-79. DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-2-66-79.

3. **Cherezov, N.** SHS-Hydrogenation, Thermal Dehydrogenation, and Plasma Spheroidization to Produce Spherical Titanium Powders from Titanium Sponge. / N. Cherezov, A. Fadeev, A. Samokhin, M. Alymov // Alloys. – 2024. – No. 3. – P. 246-256. DOI: 10.3390/alloys3030014.

4. **Bogatov, Yu.V.** Combustion of Ti + C and Ti + B Mixtures with Ti Powder Prepared via SHS Hydrogenation and Dehydrogenation. / Yu.V. Bogatov, V.A. Shcherbakov, **N.P. Cherezov**, M.I. Alymov // International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. – 2024. – Vol. 33. – No. 2. – P. 169-171. DOI: 10.3103/S1061386224700109.

5. **Анкудинов, А.Б.** Зависимость характеристик пористого титана, изготовленного из порошка TiH₂, от условий спекания и содержания порообразователя в исходной смеси. / А.Б. Анкудинов, В.А. Зеленский, **Н.П. Черезов**, В.С. Ерасов, В.С. Шустов, И.В. Сайков, М.И. Алымов // Неорганические материалы. – 2024. – Т. 60. – № 1. – С. 16–24. DOI: 10.31857/S0002337X24010037;

Ankudinov, A.B. Influence of Sintering Conditions and Pore Former Content in the Starting Mixture on Characteristics of Porous Titanium Prepared from TiH₂ Powder. / A.B. Ankudinov, V.A. Zelensky, **N.P. Cherezov**, V.S. Erasov, V.S. Shustov, I.V. Saikov, M.I. Alymov // Inorganic Materials. – 2024. – Vol. 60. – No. 5. – P. 588-595. DOI: 10.1134/S0020168524700808.

6. Анкудинов, А.Б. Влияние пористости на модуль упругости компактов из порошка титана, изготовленного из гидрида титана. / А.Б. Анкудинов, В.А. Зеленский, **Н.П. Черезов**, В.С. Ерасов, И.В. Сайков, М.И. Алымов // Деформация и разрушение материалов. – 2024. – №8. – С. 34-39. DOI: 10.31044/1814-4632-2024-8-34-39;

Ankudinov, A.B. Effect of Porosity on the Elastic Modulus of the Compacts Made of a Titanium Powder Synthesized from Titanium Hydride. / A.B. Ankudinov, V.A. Zelenskii, **N.P. Cherezov**, V.S. Erasov, I.V. Saikov, M.I. Alymov // Russian Metallurgy (Metally). – 2024. – No.5. – P. 1228-1232. DOI: 10.1134/S0036029524702264.

7. **Черезов, Н.П.** Исследование физических, химических и технологических свойств порошка титана, полученного термическим дегидрированием в вакууме. / Н.П. Черезов, М.И. Алымов // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2023. – Т. 17. – №4. – P. 5-15. DOI: 10.17073/1997-308X-2023-4-5-15.

8. **Черезов, Н.П.** Структура и свойства порошка гидрида титана, полученного из титановой губки методом СВС-гидрирования. / Н.П. Черезов, М.И. Алымов // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2022. – Т. 16. – №4. – С. 15-24. DOI: 10.17073/1997-308X-2022-4-15-24.

9. **Черезов, Н.П.** Исследование порошка титана, полученного методом СВС-гидрирования и дегидрирования в вакуумной печи. / Н.П. Черезов, М.И. Алымов, В.В. Закоржевский // Перспективные материалы. – 2022. – №3. – С. 70-77. DOI: 10.30791/1028-978X-2022-3-70-77;

Cherezov, N.P. Studying Titanium Powder Obtained by SHS Hydrogenation and Dehydrogenation Using a Vacuum Furnace. / N.P. Cherezov, M.I. Alymov, V.V. Zakorzhevsky // Inorganic materials: Applied research. – 2022. – No. 5. – P. 70-77. DOI: 10.1134/S2075113322050070.

Патент

Черезов Н.П., Алымов М.И. «Способ получения мелкодисперсного порошка гидрида титана», патент РФ на изобретение № 2833028 от 13.01.2025 г.