

О.М. Івасишин¹, О.Б. Бондарчук², М.М. Гумен'як¹, Д.Г. Саввакін¹

Поверхневі явища при нагріванні порошку гідриду титану

¹Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України
²SPECS GmbH, Вольташтрассе 5, 13355 Берлін, Німеччина

В роботі досліджено домішки на поверхні порошкового гідриду титану і можливість очищення матеріалу при його нагріванні у вакуумі. Атомарний водень, що виділяється при нагріванні гідриду титану, є ефективним очисником металу від таких домішок як кисень та хлор. Кисень в стартовому порошку TiH_2 знаходиться в трьох станах: у вигляді адсорбованих на поверхні молекул H_2O , поверхневого шару оксиду титану, а також розчинений в кристалічній ґратці. Вакуумне нагрівання веде до десорбції молекул H_2O з поверхні порошку, а виділяючийся з кристалічної ґратки на поверхню атомарний водень - до відновлення шару TiO_2 , обидва фактори сприяють очищенню титану від кисню. Експериментально зафіксоване виділення парів HCl в температурному інтервалі дегідрування свідчить про здатність водню очищати титан від домішки хлору.

Ключові слова: гідрид титану, порошок, поверхня, водень, домішки

Стаття постуила до редакції 11.02.2011; прийнята до друку 15.12.2011.

Вступ

Отримання сплавів та виробів з металевих порошоків є ефективним методом зниження їхньої вартості, що дуже важливо для такого відносно дорогого конструкційного матеріалу як титан [1]. В той же час, для широкого практичного застосування титанових сплавів, отриманих цим методом, їх фізико-механічні характеристики повинні бути на рівні характеристик сплавів, отриманих традиційним методом литва та гарячої деформації. Однак при отриманні сплавів порошковим методом збільшення питомої поверхні часток значно підвищує ризик забруднення матеріалу домішками, що може призвести до деградації комплексу механічних властивостей. Висока активність поверхні титану по відношенню до кисню створює небезпеку надмірного вмісту цієї домішки у виробах, отриманих із порошоків, і пов'язаного з цим різкого зниження пластичних характеристик. Попри кисень, необхідно строго контролювати вміст в титані таких домішок як вуглець, азот та хлор, оскільки підвищення їх концентрації також призводить до деградації властивостей. Тому, як правило, використовують дорогі високочисті титанові порошки, до того ж ретельно оберігаючи їх від забруднень в ході технологічного процесу отримання сплавів та виробів, щоб зберегти кінцевий вміст домішок (в першу чергу, кисню) на допустимому рівні.

Порошковий гідрований (наводнений) титан з успіхом застосовується як стартовий матеріал в сумішах з легувальними порошками для синтезу

титанових сплавів різного складу методом твердофазної дифузії [2-4]. При використанні порошоків гідрованого титану (як частковий випадок — гідриду титану TiH_2) замість традиційних порошоків титану отримані з них сплави містять помітно меншу кількість кисню, а також прийнятний вміст інших домішок, що забезпечує високі фізико-механічні властивості. Водень, розчинений в атомарному виді в титані, виділяється із його кристалічної ґратки в ході вакуумного нагрівання. Одним із важливих наслідків цього процесу є відновлення атомарним воднем оксидних плівок на поверхні часток, що призводить до зниження вмісту кисню в титані. Даний процес відноситься саме до поверхневих явищ, оскільки відбувається при виході атомарного водню на поверхню часток і до того моменту, коли водень переходить в молекулярний стан, десорбуючись з поверхні. Це дає унікальну можливість використовувати гідрований титан з вмістом кисню помітно більшим, ніж в титанових порошках, для отримання допустимого вмісту кисню в кінцевих сплавах.

Очевидно, що зниження вмісту кисню при дегідруванні залежить від стану поверхні стартового порошку гідрованого титану, загальної кількості кисню і вигляду, в якому кисень присутній в порошку (у вигляді оксидів, розчинений в кристалічній ґратці у вигляді домішки втілення, як адсорбований на поверхні газ). Крім кисню, в титановій губці в якості неминучої домішки присутній хлор як результат технологічного процесу її отримання. Виготовлення титанового порошку

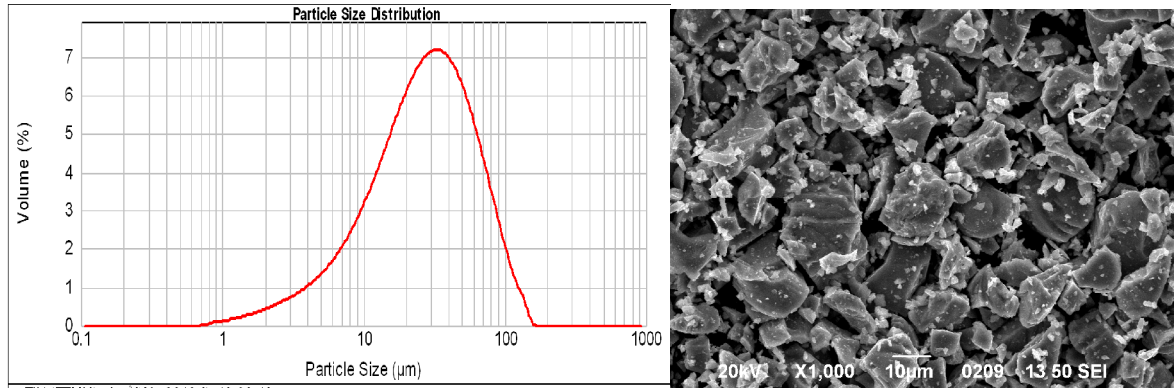


Рис. 1. Розподіл частинок TiH_2 за розмірами та їх морфологія

подрібненням губки і відсутність стадії переплаву порошку при наступному отриманні титанових сплавів методом твердофазної дифузії зберігає більшу частину хлору в кінцевому сплаві. Цей факт висуває жорсткі вимоги відносно мінімального вмісту хлору в стартовому матеріалі. Та досягнення низького стартового рівня хлору в титані пов'язано із значною тривалістю і високим енергоспоживанням технологічного процесу. Тому викликає інтерес дослідити потенціал очищення титану від хлору воднем при використанні гідрованого порошку. Враховуючи вище викладені проблеми, **метою даної роботи** було вивчити наявність домішок в порошку

гідриду титану, зокрема стан, в якому присутній кисень, і встановити загальні закономірності процесів, що відбуваються на поверхні порошкових частинок в ході дегідрування, для того, щоб максимально повно реалізувати очисну дію водню на титан.

I. Матеріали та методика експерименту

В роботі досліджували порошок однофазного гідриду титану TiH_2 , отриманого

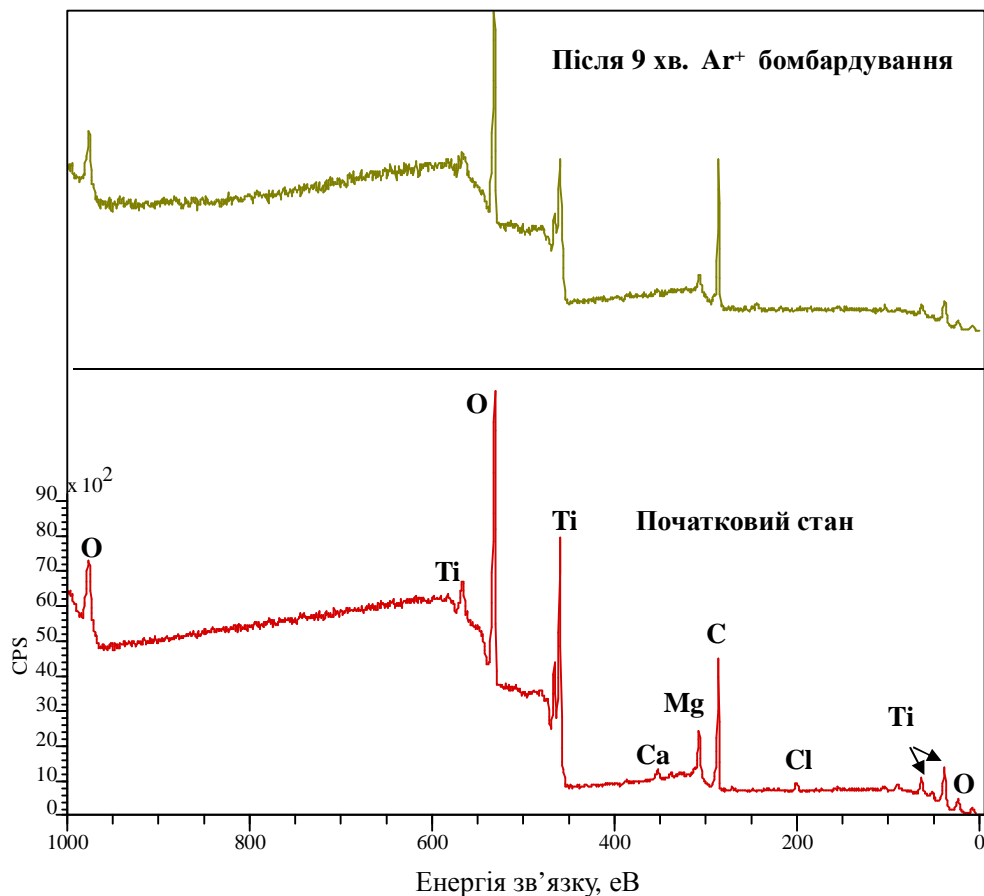


Рис. 2. Енергетичний спектр гідриду титану, що показує наявність домішок на поверхні стартового порошку (знизу) і після його обробки іонами аргону (зверху)

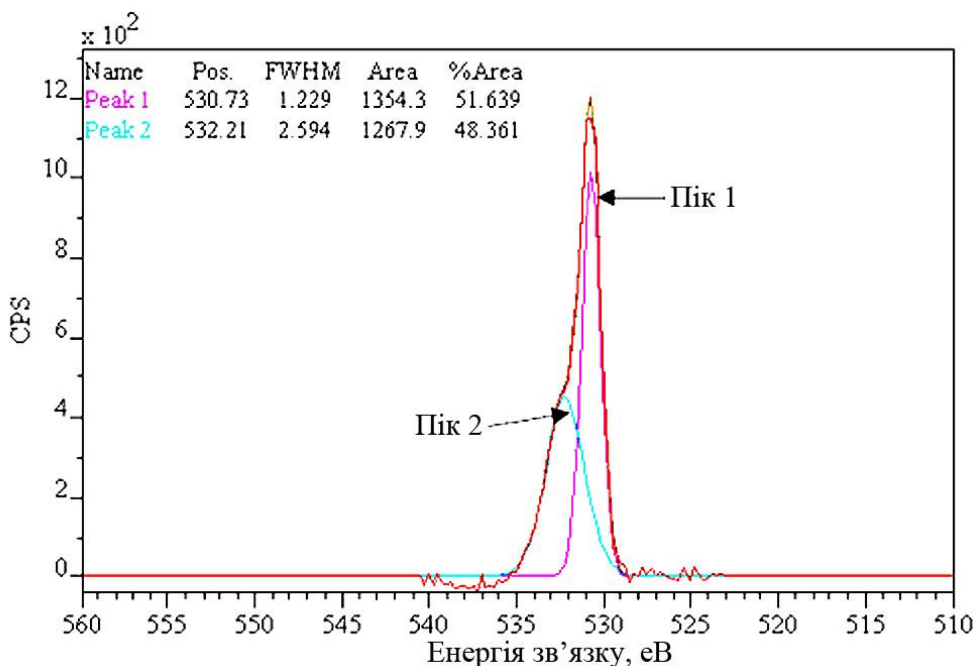


Рис. 3. Спектр O1s порошку гідриду титану

подрібненням наводненої до концентрації 3,5% (мас.) водню титанової губки марки ТГ-110 виробництва Запорізького титано-магнієвого комбінату. Порошок мав середній розмір часток 30 мкм (Рис. 1). Морфологію частинок TiH_2 досліджували за допомогою растрового електронного мікроскопу JSM6700, фракційний склад порошку – лазерним аналізатором частинок Malvern Mastersizer 2000E, стан поверхні – методом рентгенівської електронної спектроскопії за допомогою поверхневого спектрометру RHOIBOS 150 MCD9 (SPECS) з джерелом монохроматичного рентгенівського випромінювання $Al K_{\alpha}$ ($h\nu = 1486,74$ eV) і $Ag L_{\alpha}$

($h\nu = 2984,3$ eV) FOCUS 500 (SPECS). Для ідентифікації спектрів кисню в гідриді титану, методом рентгенівської фотоелектронної спектроскопії вивчалися також порошки TiO_2 (рутил та анатаз) з розміром часток порядку 1–2 мкм (Aldrich). Порошки TiH_2 і TiO_2 перед переносом у вакуумну камеру спектрометру наносились шляхом напилення товстого шару на двохсторонню адгезивну вуглецеву плівку (SPI supplies) з наступним легким пресуванням. Надлишок порошку видалявся струшуванням. Для пошарового аналізу порошоків методом рентгенівської фотоелектронної спектроскопії використовувалась іонна пушка із

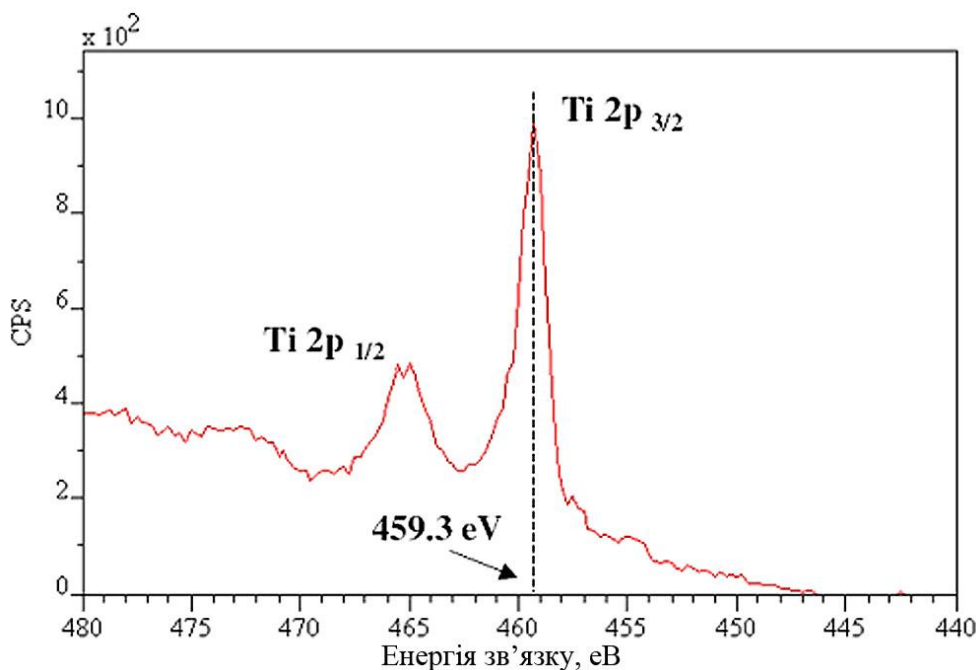


Рис. 4. Спектр Ti 2p порошку TiH_2

раструванням пучка IQE12 (SPECS).

Для вивчення процесів, що відбуваються при нагріванні гідриду титану, його у вигляді порошку, а також скомпактованих при 640 МПа пресовок, нагрівали у вакуумі до 1250°C з наступною ізотермічною витримкою при цій температурі до 4 годин. Для дослідження складу газів, що виділяються із гідриду титану при нагріванні в вакуумованій камері, використана мас-спектрометрична установка, що входить в склад високотемпературного дилатометра [5]. Густина зразків після спікання визначалась методом гідростатичного зважування. Відносну густина (і, відповідно, пористість) визначали із співвідношення реальної та теоретичної (4,51 г/см³) густини. Кількісний вміст водню та кисню в титані визначали за допомогою газового аналізатора ELTRA OH900.

II. Експериментальні результати

Дослідження порошку гідриду титану методом рентгенівської фотоелектронної спектроскопії показали, що на його поверхні спостерігаються такі домішки як кисень, вуглець, хлор, магній та кальцій (Рис. 2). Кисень є основною домішкою, і на поверхні вихідного порошку знаходиться у двох станах (Рис. 3). Пік 1 на Рис. 3 (енергія зв'язку електронів 531,7 еВ) відповідає оксиду титану TiO₂, пік 2 (енергія зв'язку — 532,2 еВ) може бути віднесений до молекул води і гідроксогруп OH, адсорбованих на поверхні порошку.

Розміщення енергетичних піків Ti 2p (Рис. 4) також свідчить, що титан в поверхневому шарі має ступінь окислення Ti⁴⁺, яка відповідає з'єднанню

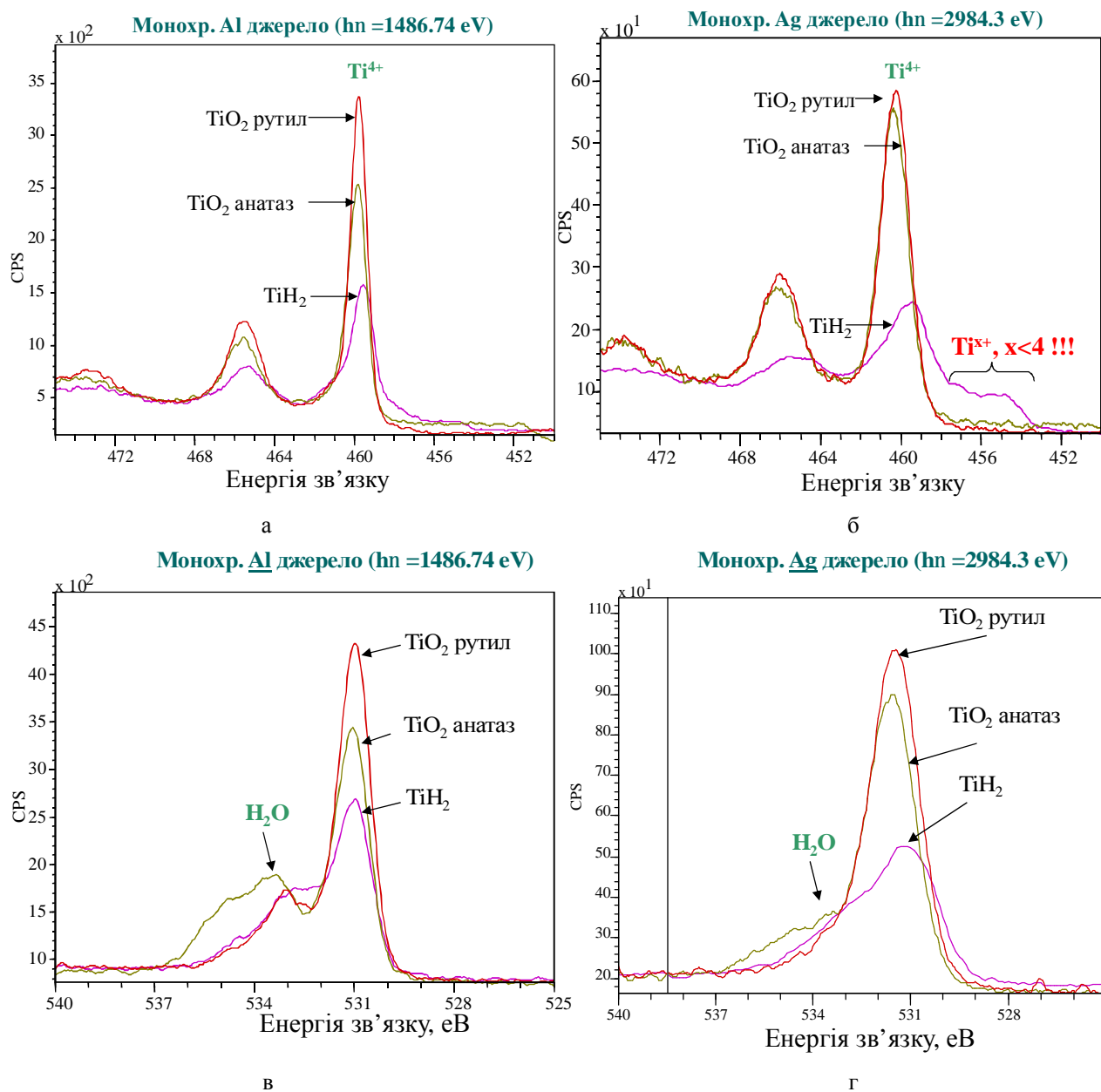


Рис. 5. Спектри Ti 2p (а, б) і O 1s (в, г) гідриду титану, рутилу та анатазу при використанні випромінювання Al K_α (а, в) та Ag L_α (б, г)

TiO₂.

Порівняльне дослідження спектрів Ti 2p порошоків гідриду титану і TiO₂ (рутил та анатаз) виявило деякі відмінності в них. При використанні рентгенівського випромінювання Al K_α, що дає інформацію переважно про поверхневі шари досліджуваного матеріалу, для гідриду титану і TiO₂ спостерігається аналогічна ступінь окислення титану Ti⁴⁺ (Рис. 5а). Однак використання рентгенівського випромінювання Ag L_α, яке є більш чутливим до глибинних шарів матеріалу, ніж Al K_α, виявило різницю спектральних картин для TiH₂ і TiO₂ (Рис. 5б). В цьому випадку чітко проявляється складова Ti 2p із меншим ступенем окислення титану, характерна для глибинних шарів гідриду титану, і яка відсутня в глибині частинок TiO₂. Такий стан титану відповідає нижчим оксидам титану і твердому розчину Ti-O. Вивчення електронного спектру O 1s (Рис. 5в, г) показало, що вода і/або гідроксогрупи OH знаходяться виключно на поверхні частинок обох типів.

Подібний результат отриманий і після бомбардування поверхні гідриду титану іонами аргону: інтенсивність стану атомів кисню, що відповідає воді, знижується при видаленні поверхневих шарів. Одночасно, в спектрі Ti 2p з'являються складові, що відповідають нижчим оксидам титану і твердому розчину Ti-O. Після бомбардування порошку TiH₂ іонами аргону на поверхні зберігаються такі домішки як вуглець та магній, причому інтенсивність піків магнію помітно знижується, в той же час, піки хлору і кальцію вже не спостерігаються (Рис. 2).

При розміщенні гідриду титану у вакуумованій камері мас-спектрометричний аналіз фіксує ряд газів (Рис. 6). При нагріванні взаємні інтенсивності мас-спектрометричних піків змінюються в залежності від температури, однак, можна констатувати, що характерною є наявність таких атомних мас в спектрі як 2 (водень), 18 (вода), 28 (CO+N₂+C₂H₄) і 44 (CO₂). Пік, що відповідає атомній масі 17, ідентифікований як групи OH, масі 16 — CH₄, 40 — C₃H₄. Крім того, важливо відмітити появу при дегідуванні піків, що відповідають масам 36 та 38 (HCl для двох стабільних ізотопів хлору). Початок інтенсивного виділення водню спостерігається біля 300°C, однак, це значення температури, як і весь температурний інтервал протікання процесу дегідування не є фіксованими і можуть суттєво зміщуватися в залежності від стану вихідного гідриду (порошок чи компакт) і ступеню вакууму в камері нагрівання (Рис. 7а) [6]. Виділення водяної пари відбувається в широкому температурному інтервалі і зв'язане з двома процесами, про що свідчить наявність 2-х максимумів виділення H₂O (Рис. 7б). Температурні рамки першого максимуму виділення водяної пари знаходяться в межах до 200°C. Важливо відмітити, що другий максимум виділення води, а також пік HCl (Рис. 7б) завжди спостерігаються в температурному інтервалі виділення водню, одночасно з ним зміщуючись по температурі.

III. Обговорення результатів

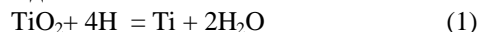
Результати рентгенівської фотоелектронної спектроскопії при використанні випромінювання Al K_α (Рис. 3, 4, 5а, в) свідчать про те, що частинки TiH₂ характеризуються наявністю поверхневої оболонки із оксиду титану TiO₂, а також адсорбованої на поверхні води. В той же час, із аналізу електронних спектрів при використанні випромінювання Ag L_α (Рис. 5б, г), яке дає більше інформації про глибинні шари матеріалу, виходить, що в глибині гідридних частинок концентрація кисню значно нижче концентрації, що відповідає формуванню оксиду TiO₂. Очевидно, що із збільшенням відстані від поверхні, вміст кисню швидко знижується до рівня, що відповідає твердому розчину кисню в титані. Таким чином, кисень у вихідних порошках гідриду титану знаходиться в трьох станах: у вигляді адсорбованих на поверхні молекул H₂O, поверхневого шару TiO₂, а також розчинений в кристалічній ґратці в атомарному вигляді.

Із порівняння результатів, наведених на Рис. 2 до і після бомбардування поверхні порошку іонами аргону, слідує, що такі домішки як хлор, магній та кальцій, подібно до кисню, містяться переважно на поверхні частинок TiH₂ і, відповідно, можуть видалятися із матеріалу певною обробкою поверхні.

Ці результати надзвичайно важливі для розуміння процесів, що відбуваються в ході нагрівання TiH₂, і пояснення механізму очищення титану від домішок за допомогою водню.

Кисень Перший максимум виділення водяної пари, що спостерігається близько 100°C, відповідає десорбції атмосферної води з поверхні часток. Видалення молекул H₂O, які адсорбовані на поверхні, є надзвичайно важливим для запобігання додаткового окислення титану і отримання в результаті достатньо чистого по вмісту кисню матеріалу.

Після закінчення десорбції H₂O з поверхні, продовження нагрівання призводить до нового росту інтенсивності виділення водяної пари, що спостерігається вже через іншу фізичну причину вище 300°C, тобто в тому ж температурному інтервалі, що і десорбція водню. Виділення водяної пари одночасно з виходом водню із гідриду титану (незалежно від можливого зміщення по температурі останнього процесу) напряду підтверджує очистку титану воднем від домішок кисню, що є наслідком реакції відновлення поверхневого оксиду титану атомарним воднем:



Термодинамічні розрахунки показують, що така реакція енергетично вигідна саме для високоактивного атомарного водню, що виходить із кристалічної ґратки на поверхню часток, в той же час як після переходу водню в молекулярний стан можливість відновлення оксиду титану втрачається. Крім того, розрахунки свідчать, що виділення води в температурному інтервалі дегідування пов'язано саме з відновленням поверхневих оксидних плівок,

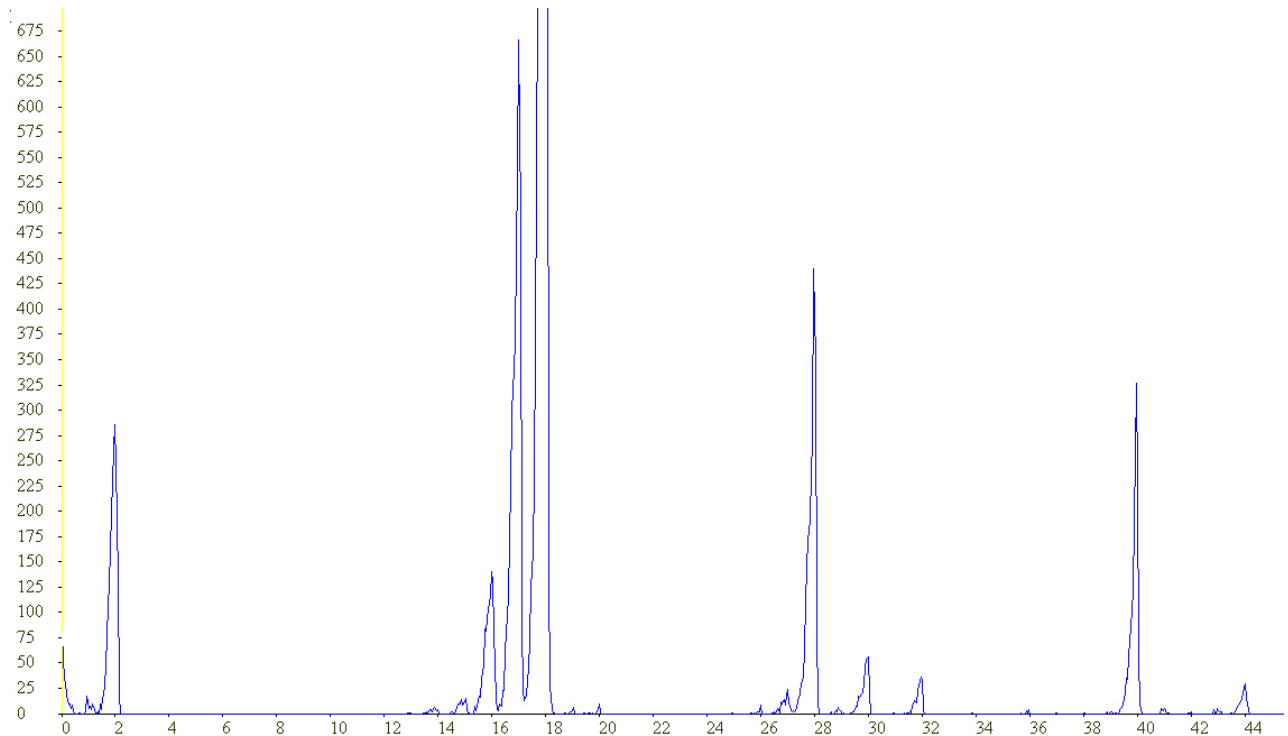


Рис. 6. Мас-спектр газів в камері нагрівання, знятий при кімнатній температурі

оскільки кисень, розчинений в ґратці титану як домішка втілення, не може бути зв'язаний навіть високоактивним атомарним воднем.

Відомо, що аналогічно вищеписаній ситуації для гідриду титану, поверхня титанових часток також вкрита оксидним шаром [1,7] і адсорбованою атмосферою вологою, яка десорбується при вакуумному нагріванні [8] при достатньо низьких температурах (100–200°C). Однак при подальшому підвищенні температури явища на поверхні титанових часток принципово відмінні від тих, що мають місце у випадку нагрівання TiH_2 . Плівки TiO_2 на поверхні титанових часток розчиняються при вакуумному нагріванні вище 600°C, при цьому атоми кисню дифундують в глибину металу, насичуючи кристалічну ґратку [7]. Таким чином, титанові частки можливо очистити від адсорбованої водяної пари, але кисень, що міститься в оксидних плівках, повністю залишається в металі, переходячи в стан твердого розчину, що створює небезпеку надлишкової концентрації цієї домішки в кінцевому матеріалі.

У випадку гідриду титану поверхневий оксид TiO_2 також розчиняється при температурах вище 600°C, формуючи твердий розчин кисню в титані, що виключає можливість водневої очистки матеріалу. Тому для максимального зниження вмісту кисню необхідно реалізувати процес відновлення поверхневого оксиду до його розчинення. Саме той факт, що процес дегідрування, який починається приблизно з 300°C, активно протікає до температури розчинення оксидних плівок, і дає таку можливість. Атомарний водень, виходячи на поверхню, руйнує плівки TiO_2 , що призводить не тільки до очистки титану від кисню, але й знищує поверхневі бар'єри для дифузії, викликаючи активоване спікання порошкової системи при достатньо низьких

температурах [8].

Таким чином, при нагріванні гідриду титану відбуваються наступні процеси: на початку — десорбція адсорбованих на поверхні молекул H_2O , а при вищих температурах — відновлення шару TiO_2 атомарним воднем, що виділяється з гідриду на поверхню, і/або розчинення поверхневого оксиду титану з дифузією атомів кисню всередину частинок, причому 2 останніх процеси, очевидно, конкурують між собою.

Кисень, який міститься як домішка в тому чи іншому вигляді у вихідному порошку гідриду титану, безспірно, впливає на інтенсивність протікання дифузійних процесів в системі на основі титану. Швидкість дифузії атомів кисню в титані на 2-3 порядки вище самодифузії атомів титану [1]. Дифузійна рухливість атомів титану в присутності кисню зростає, що підтверджується рядом експериментальних даних, як більш ранніх [9], так і отриманих в даній роботі: кінцева густина титану, що досягається при спіканні частинок гідриду титану, зростає при збільшенні стартового вмісту кисню. При цьому вплив кисню в значній мірі визначається станом, в якому він міститься в стартовому порошку. При довготривалій витримці порошку TiH_2 на повітрі збільшення кількості кисню в ньому відбувається не тільки шляхом росту товщини оксидного шару, але й, в значній мірі, шляхом збільшення кількості адсорбованої на поверхні води. Спікання такого порошку призводить до деякого підвищення відносної густини порівняно з зразками із свіжоприготовленого порошку TiH_2 , які, по можливості, захищались від окислення (розмелювання в атмосфері аргону). Витриманий на повітрі гідрид титану, після його спікання, дозволяє досягнути густини дегідрованого титану 4,433 г/см³

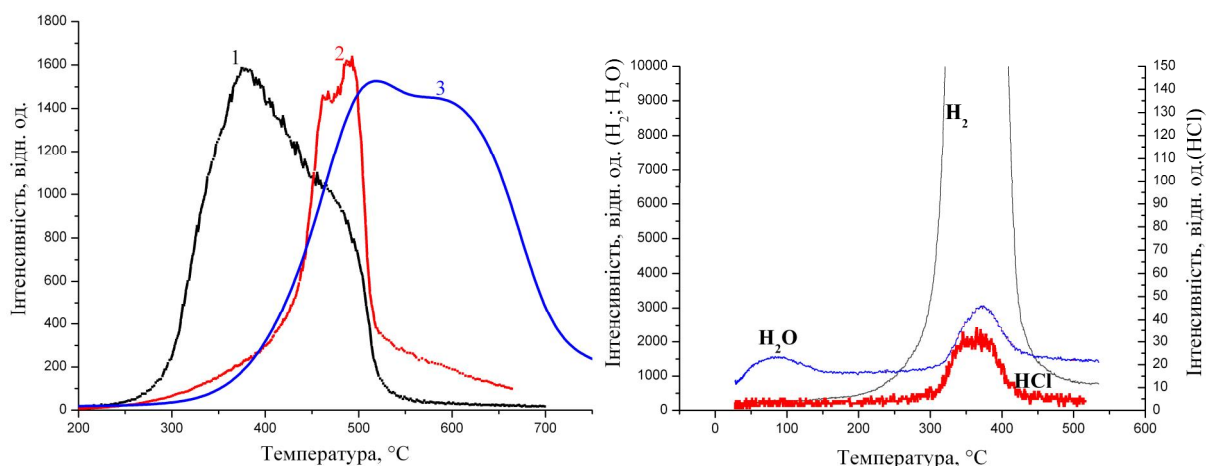


Рис. 7. Температурні залежності виділення газів при нагріванні гідриду титану за даними мас-спектрометричного аналізу: а — водень при різних вакуумних умовах нагрівання TiH_2 у вигляді порошку (1, 3) і компактів (2); б — співставлення кривих виділення H_2O і HCl з кривою водню

(98,3% від теоретичного значення) при вмісті кисню 0,22%, що дещо вище густини титану, спеченого з відносно чистого порошку TiH_2 – 4,420 г/см³ (98%) при 0,18% кисню. При витримці гідриду в повітряній печі при 260°C збільшення вмісту кисню іде, очевидно, за рахунок росту товщини шару TiO_2 на поверхні частинок. В цьому випадку окислення дало ще більший вигравш в густині після спікання — 4,475 г/см³ (99,2%) при кінцевому вмісті кисню в титані 0,40%.

Враховуючи, що адсорбована на поверхні стартового порошку атмосферна волога при нагріванні у вакуумі активно десорбується (Рис. 7б), саме кисень, що міститься в плівках TiO_2 , дає основний вклад в кінцевий вміст цієї домішки в спеченому титані і визначає дифузійну швидкість атомів титану при спіканні. Коли кисень міститься переважно у вигляді поверхневого оксидного шару, його концентрація може знижуватися тільки за рахунок відновлювальної дії атомарного водню, що виділяється. Одночасно із відновленням, шар TiO_2 може частково розчинятися в титані, насичуючи його киснем. Зрозуміло, що збільшення товщини шару TiO_2 веде до збільшення долі розчиненого оксиду по відношенню до відновленого, і, відповідно, до більшого вмісту кисню в спеченому титані.

Хлор і вуглець Хлор є постійною домішкою в титані, присутньою як результат отримання титанової губки шляхом відновлення $TiCl_4$ магнієм (процес, що використаний для виготовлення губки в нашому випадку). В самій губці і в отриманому із неї титановому порошку хлор міститься у вигляді кристалів $MgCl_2$, які, розкладаючись при нагріванні вище 300°C, можуть випаровуватися з поверхні в умовах вакууму, але зберігаються в порах всередині титанових частинок. Тому за відсутності плавлення титану при порошкових технологіях, хлор значною мірою зберігається і в кінцевому спеченому сплаві. Використання гідриду титану замість титанового порошку дає унікальну можливість очистки його від

хлору.

Крихкий наводнений титан [10] легко подрібнюється в порошок, при цьому кристали $MgCl_2$ з більшою ймовірністю будуть розташовані на поверхні частинок, а не в їх глибині, що повинно полегшити наступну очистку матеріалу при вакуумному нагріванні. Наявність $MgCl_2$ переважно на поверхні частинок підтверджується даними після обробки поверхні іонами аргону (Рис. 2), коли сліди хлору практично зникають, а магнію — помітно знижуються. При вакуумному нагріванні гідриду титану, атомарний водень, що виділяється при дегідруванні, зв'язує хлор на поверхні часток, очищуючи таким чином титан, що підтверджується появою парів HCl саме в температурному інтервалі дегідрування (Рис. 7). Реалізація цього процесу дозволяє використовувати в якості стартового матеріалу достатньо забруднений хлором гідрований порошок, і знижувати вміст хлору в матеріалі до безпечного рівня в процесі дегідрування.

Виділення газів CO , CO_2 , CH_4 і C_2H_4 при нагріванні гідриду титану також сприяє зниженню концентрації вуглецю і кисню в кінцевому титані порівняно із стартовим порошком. Наявність цих мас в спектрі газів може свідчити як про десорбцію при нагріванні адсорбованих на порошок органічних з'єднань, так і про з'єднання вуглецю з киснем, а також вуглецю з воднем в процесі дегідрування.

Висновки

1. Кисень у стартовому порошку TiH_2 знаходиться в трьох станах: у вигляді адсорбованої на поверхні частинок водяної пари, поверхневого шару титан (IV) оксиду, а також розчинений в кристалічній ґратці в атомарному вигляді.

2. Атомарний водень, що знаходиться в кристалічній ґратці гідриду титану, є ефективним очистником металу від таких домішок як кисень і

хлор.

3. Десорбція молекул H_2O з поверхні частинок при вакуумному нагріванні і відновлення оксидної плівки атомарним воднем, що виділяється на поверхню, сприяє очищенню титану від кисню, в той же час як конкуруючий процес розчинення поверхневого титан(IV) оксиду з дифузією атомів кисню в глибину кристалічної ґратки виключає таку можливість.

4. Виділення парів HCl , які експериментально спостерігаються в температурному інтервалі дегідрування, свідчить про можливість водню

очищувати титан від домішок хлору.

Івасишин О.М. – академік НАН України, професор, д.т.н, в.о. директора Інституту металофізики ім.Г.В.Курдюмова НАН України;

Бондарчук О.Б. – к.ф.-м.н., науковий співробітник компанії SPECS GmbH, Німеччина;

Гуменяк М.М. – молодший науковий співробітник ІМФ НАН України;

Саввакін Д.Г. – старший науковий співробітник, к.т.н, докторант ІМФ НАН України.

- [1] G. Lütjering, J.C. Williams. *Titanium*. Springer-Verlag, Berlin, 2nd Edition p 442 (2007),.
- [2] О.М.Івасишин, А.П.Шпак, Д.Г.Саввакін. Економічна технологія получения титанових деталей методом порошкової металургії // *Титан*, (1), сс.31-39 (2006).
- [3] О.М.Івасишин, Д.Г.Саввакін, Ф.Фроес, В.С.Моксон, К.А.Бондарева. Синтез сплава $Ti-6Al-4V$ с низкой остаточной пористостью методом порошковой металлургии // *Порошковая металлургия*, (7/8), сс. 54-64 (2002).
- [4] O.M.Ivasishin, D.G.Savvakin, V.S.Moxson, V.A.Duz, C. Lavender. Production of Titanium Components from Hydrogenated Titanium Powder: Optimization of Parameters // *Ti-2007 Science and technology* (Proc. of 11th World Conf. on Ti, Japan Institute of Metals, Eds: M.Niinomi, S.Akiyama et al.), pp. 757-760 (2007).
- [5] О.М.Івасишин, В.Т.Черепин, В.Н.Колесник, Н.М.Гуменяк. Автоматизированный дилатометрический комплекс // *Приборы и техника эксперимента*, (3), с. 147 (2010).
- [6] О.М.Івасишин, Д.Г.Саввакін, Н.М.Гуменяк. Дегидрирование порошкового гидрида титана и его роль в активации спекания // *Металофізика та новітні технології*, **33**(7) сс. 899-917 (2011).
- [7] Ma Qian. Cold compaction and sintering of titanium and its alloys for near-net-shape or preform fabrication // *International Journal of Powder Metallurgy*, **46**(5) pp. 29-43 (2010).
- [8] Д.Г. Саввакін, М.М. Гуменяк, М.В. Матвійчук, О.Г. Моляр. До питання про роль водню в процесах спікання титанових порошоків // *Фізико-хімічна механіка матеріалів*, буде опубліковано в 2011 р.
- [9] О.М.Івасишин, Д.Г.Саввакін, М.В. Матвійчук, В.В.Тэлин, Л.Я.Шварцман, С.И.Давыдов, Ю.Л.Ставицкий. Аprobация порошков гидрированного титана производства КП ЗТМК в технологических процессах порошковой металлургии // *Материалы конференции «Титан-2007 в СНГ»*, Ассоциация «Титан», сс. 73-77. (2007).
- [10] Б.А.Колачев, А.А.Ильин, Б.А.Лавренко, Ю.В.Левинский. *Гидридные системы. Справочник*. Металлургия, М.349с. (1992).

О.М.Івасишин¹, А.В. Bondarchuk², М.М.Гуменяк¹, Д.Г.Саввакін¹

Surface Phenomenon Upon Heating of Titanium Hydride Powder

¹G.V. Kurdyumov Metallo-Physics Institute NAS of Ukraine

²SPECS GmbH, Voltashtrase 5, 13355 Berlin, Germany

Impurities on the surface of TiH_2 powder and opportunity to clear material during vacuum heating have been investigated. Atomic hydrogen emitted upon heating of hydrogenated titanium is an effective purifier of material from oxygen and chlorine impurities. Oxygen in TiH_2 powder is in three conditions: as H_2O absorbed and TiO_2 skills on the surface, as well as atomic oxygen dissolved in crystal lattice. Emitting of adsorbed H_2O from powder surface upon vacuum heating and reduction of TiO_2 skills by atomic hydrogen evolved from TiH_2 crystal lattice both resulted in decrease in oxygen content in titanium. Emitting of HCl within temperature range of dehydrogenation confirms hydrogen ability to clear titanium from chlorine impurity.

Key words: titanium hydride, powder, surface, hydrogen, impurities