

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
**«БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**
(НИУ «БелГУ»)

ИНСТИТУТ ИНЖЕНЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ И ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК
КАФЕДРА МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ И НАНОТЕХНОЛОГИЙ

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЛУБИНЫ ВЫТЯЖКИ УЛЬТРАНИЗКОФОНОВОГО
ТИТАНА ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ РАДИАЦИОННО-ЧИСТЫХ
ДЕТЕКТОРОВ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ**

Выпускная квалификационная работа
обучающейся по направлению подготовки
22.03.03 Наноматериалы
очной формы обучения группы 07001416
Зверевой Анны Сергеевны

Научный руководитель:
к.ф-м.н., доцент Никулин И.С.

БЕЛГОРОД 2018

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
ГЛАВА 1. Основная часть.....	4
1.1 Обзор литературы	4
1.2 Общие сведения о структуре титана.....	4
1.3 Физические свойства титана и его сплавов.....	6
1.4 Механические свойства титана и его сплавов	7
1.5 Низкофоновые эксперименты и роль титана	11
ГЛАВА 2. Материал и методики исследования.....	17
2.1. Материал исследования.....	17
2.2 Методика подготовки образцов к металлографическим исследованиям	20
2.3 Методика работы на оптическом микроскопе	22
2.4 Методика определения среднего размера зерна методом секущих. 23	
2.5 Методика испытания на глубокую вытяжку по Эриксену.....	23
2.6 Методика испытания на одноосное растяжение.....	24
2.7 Микротвердость по Виккерсу.....	25
2.8 Техника безопасности и охрана труда.....	26
ГЛАВА 3. Результаты исследования и их обсуждение.....	27
3.1 Микроструктура ультранизкофонового титана после обработки...27	
3.2 Результаты механических испытаний	30
3.3 Экономическое обоснование внедрения разработки.....	36
ВЫВОДЫ.....	39
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	40
ПРИЛОЖЕНИЕ 1.....	43
ПРИЛОЖЕНИЕ 2.....	44
ПРИЛОЖЕНИЕ 3.....	45
ПРИЛОЖЕНИЕ 4.....	46

ВВЕДЕНИЕ

Титановые сплавы являются одним из основных конструкционных материалов. Титан и его сплавы обладают высокой коррозионной стойкостью во многих агрессивных средах и удельной прочностью. Из-за низкого коэффициента теплового расширения они подвергаются относительно малым тепловым деформациям. По этим причинам титановые конструкции обладают высокой надежностью. Титан без затруднений поддается гибке и другим подобным операциям, а легкость является его несомненным преимуществом перед другими материалами (нержавеющей сталью, например) [1]. Высокий уровень технологической пластичности титана позволяет подвергать его интенсивной пластической деформации, например, глубокой вытяжке или штамповке.

Металлический титан довольно легко очистить от примесей. В некоторых направлениях современной физики принципиально важно использовать материалы с требуемым уровнем радиохимической чистоты, так как примеси могут влиять на точность полученных данных при регистрации редких событий. При этом детали, изготавливаемые из таких материалов, должны соответствовать требуемым параметрам: высоким пределом прочности и пластичности, минимальным уровнем засорения радиоактивными элементами (уран и торий), а также способностью работать в условиях криогенных температур, что важно при создании низкофоновых детекторов. В настоящий момент именно титан является наиболее привлекательным материалом для практического применения в низкофоновых экспериментах.

ГЛАВА 1. ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

1.1 Обзор литературы

1.2 Общие сведения о структуре титана

1.3 Физические свойства титана и его сплавов

1.4 Механические свойства титана и его сплавов

1.5 Низкофоновые эксперименты и роль титана

1.1 Обзор литературы

В связи с интенсивным развитием исследований в области физических процессов, в частности низкофоновых экспериментов, возникла необходимость в создании нового класса «сверхчистых» материалов для конструкционного применения. Перед исследователями встала проблема выбора материала, в котором можно будет поддерживать граничный уровень радиоактивности, и который будет обладать низкой удельной массой. Требования к легкости материала обусловлены тем, что в последнее время возникла необходимость в увеличении рабочего объема детекторов, что, как следствие, приведет к увеличению их массы. Титан становится несомненным фаворитом из-за его легкости, обрабатываемости и высоких механических свойств.

1.2 Общие сведения о структуре титана

Титан- полиморфный материал, который испытывает превращения при 882 °С. Изменить это значение можно посредством легирования. В литом состоянии структура титана представлена крупными зернами, которые возникли при первичной кристаллизации. Измельчение зерна у титана при полиморфном превращении (α - β) возможно, только если перед нагревом подвергнуть его пластическому деформированию. Возникшие искажения

кристаллической решетки будут тормозить рост β - кристаллов. Поэтому будет справедливо отметить, что для получения меньшего размера β -зерен необходимы большие степени деформации и невысокая температура термической обработки.

Известно, что нагрев титановых полуфабрикатов так или иначе приводит к укрупнению структуры. В этом и состоит его существенное отличие от железа и сталей, в которых фазовую перекристаллизацию используют как инструмент для улучшения структурных характеристик.

Важными факторами формирования структуры и свойства титана являются: температура и степень пластической обработки, выбранный режим охлаждения после нее и следующий за этим рекристаллизационный отжиг. При малой степени деформации и медленном охлаждении появляются крупные α - кристаллы. Вследствие чего в титановых листах возникает слоистая структура [2]. Мелкопластинчатая микроструктура (похожа на «корзинчатое плетение») образуется при всесторонней деформации и быстром охлаждении. Фазовый наклеп у титана весьма мал, а механический полностью снимается в результате фазового превращения. В результате горячей деформации и отжига создается более крупнозернистая структура, чем при отжиге после холодного наклепа.

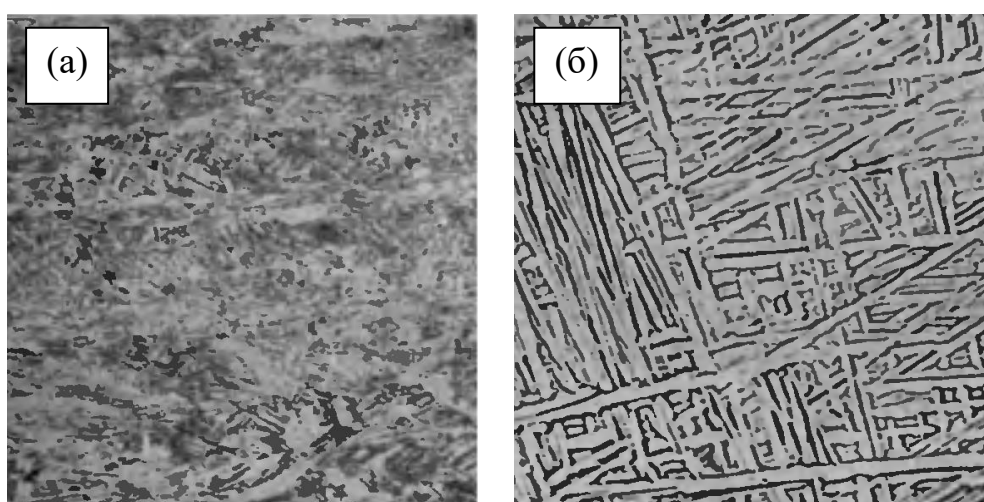


Рис. 1.1 Характерные типы полосчатых (а) и корзинчатых (б) структур бетированных α - сплавов

Все технологи стремятся получить структуру с оптимальным сочетанием свойств, которые обеспечиваются мелкозернистой рекристаллизованной структурой. Однако, такое возможно лишь на относительно небольших изделиях.

1.3 Физические свойства титана и его сплавов

Характеристики упругости. Модуль нормальной упругости титана $\sim 11\,200$ кгс/мм². Если сравнивать с железом, например, то такое значение будет низким. Это связано с тем, что у железа параметры кристаллической решетки меньше, а энергия, приходящаяся на одну межатомную связь, - больше. Также титан обладает анизотропией модуля нормальной упругости, так как период его кристаллической решетки вдоль оси намного больше, чем в поперечном направлении. Кислород, азот и углерод могут оказывать влияние на значение модуля нормальной упругости. Как примеси, они уменьшают параметры кристаллической решетки α -титана. Помимо этого можно регулировать величину характеристик упругости легирующими элементами: α -стабилизаторы повышают модуль нормальной упругости, а влияние β -стабилизаторов зависит от сопутствующей термической обработки. У отожженных сплавов модуль нормальной упругости уменьшается [3].

Теплопроводность. Примеси и легирующие элементы снижают теплопроводность титана. При нагреве теплопроводность титана и его сплавов напротив увеличивается.

Электрическое сопротивление. Титан обладает достаточно высоким электрическим сопротивлением в сравнение с другими конструкционными материалами. Примеси и легирующие элементы оказывают значительное влияние на электросопротивление титана. Например, электрическое сопротивление титановых сплавов будет значительно выше при добавлении алюминия, олова или β -стабилизаторов в пределах растворимости в α -фазе.

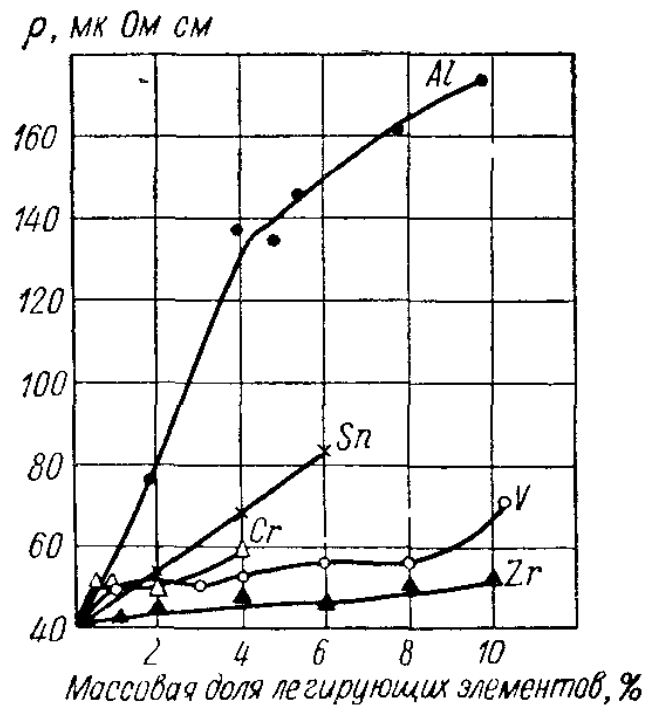


Рис. 1.2 Влияние легирующих элементов на удельное электросопротивление титана

Тепловое расширение. Коэффициент теплового расширения титана может заметно варьироваться даже в пределах одного слитка. Также он может зависеть от содержания примесных или легирующих элементов: α -стабилизаторы понижают коэффициент теплового расширения, цирконий уменьшает, но незначительно. При легировании оловом или β -стабилизаторами коэффициент растет [3].

Демпфирующие свойства. У большинства металлов демпфирующие свойства на порядок выше, чем у титана. При повышении температуры до 350-400 °С декремент увеличивается. Существенный его рост наблюдается при температурах выше 400 °С. Изменение структуры термообработкой, а также качеством поверхности практически не влияет на демпфирующие свойства титана[4].

1.4 Механические свойства титана и его сплавов

Кислород (рисунки 1.3) и азот (рисунки 1.4) — атмосферные газы, которые образуют с титаном сплавы типа твердых растворов внедрения и

оказывают влияние на его механические свойства. Они, наряду с углеродом, оказывают упрочняющее воздействие на титан.

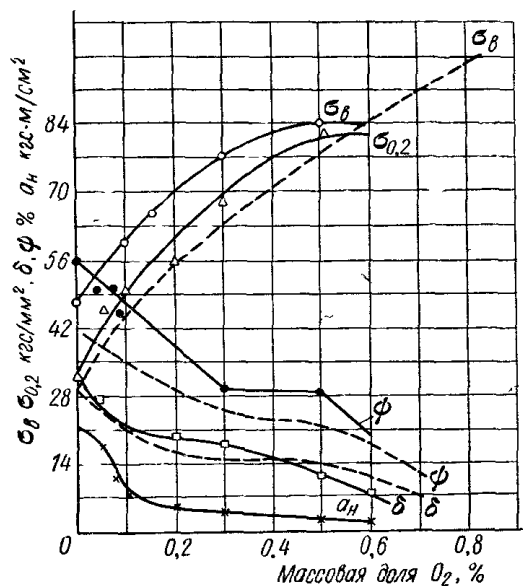


Рис. 1.3 Влияние кислорода на механические свойства титана

Размер зерна мало влияет на характеристики пластичности, однако предел текучести ($\sigma_{0,2}$) и временное сопротивление разрыву (σ_B) снижаются. Чем выше содержание кислорода и азота, тем заметнее будет это влияние.

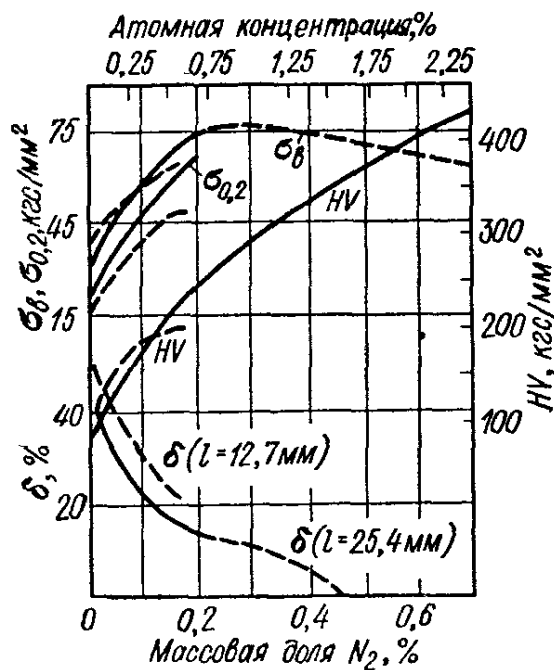


Рис. 1.4 Влияние азота на механические свойства титана

У сверхчистого титана нет четко выраженного предела текучести, у технического титана напротив физический предел текучести имеет конкретное значение- 105 МПа. Помимо этого временное сопротивление разрыву 234 МПа, относительное удлинение 55% [3].

Наклеп приводит к значительному росту прочностных характеристик титана (рисунок 1.5), но истинное сопротивление разрыву практически не изменяется. Общая величина пластической деформации может быть разделена на равномерную и сосредоточенную части, обладающие различным физическим содержанием. Равномерная часть деформации характеризует способность металла к физическому упрочнению в процессе пластической деформации, сосредоточенная- способность к накоплению и развитию дефектов, обусловленных главным образом либо неоднородностью структуры, либо присутствием в материале изначальных микрповреждений.

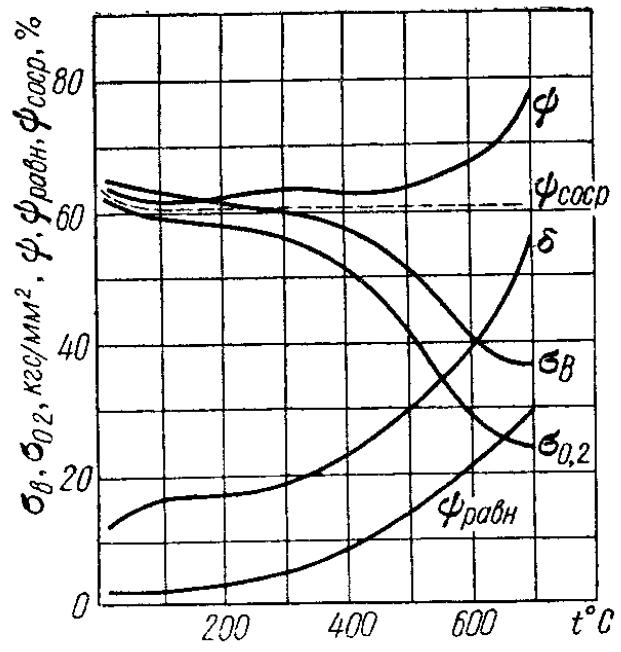


Рис. 1.5 Изменение механических свойств наклепанного титана в зависимости от температуры отжига

Наклеп титана, как и других металлов, приводит к исчерпанию способности к физическому упрочнению, в соответствии с этим уменьшается равномерная деформация: так при обжати на 50% величина равномерного сужения

уменьшается с 24,8 до 4,4%. Сосредоточенная деформация при этом меняется незначительно: с 68,2 до 55%. Это обстоятельство указывает на отсутствие микроповреждений в титане при холодной деформации.

В условиях понижения температуры, чем меньше содержание элементов примесей внедрения, тем больше временное сопротивление разрыву и относительное удлинение. У титана, максимально очищенного от примесей, временное сопротивление разрыву при температуре 196°С вдвое больше, чем при комнатной температуре. Относительное удлинение выше в полтора раза. У технического титана пластичность при температуре 196°С и при комнатной температуре примерно одинакова. До температуры 196°С титан не восприимчив к надрезу. Пластичность начнет заметно понижаться при значениях температуры 268°С, но все равно будет оставаться достаточно высокой для того, чтобы титан можно было использовать в качестве конструкционного материала [3].

К недостаткам титана можно отнести ползучесть при комнатных температурах при длительном воздействии напряжений около 50% от предела текучести. Сверхчистый титан будет подвергаться ползучести даже при более низких напряжениях. Предел текучести зависит от продолжительности напряжения в диапазоне температур 20-150°С. Далее, в интервале 200-300°С, зависимость снижается, скорость ползучести пониженная, в частности у технически чистого титана.

Технический титан $\sigma_{\text{в}} = 600$ МПа будет разрушаться через 10 ч при напряжении 225 МПа. Если снизить напряжение до 210 МПа, то образцы не будут изменяться в длине в течение 500 часов после начальной вытяжки 10%.

Сверхчистый титан будет иметь более низкое сопротивление усталости, чем технически чистый титан. Известно, что в зависимости от содержания примесей элементов внедрения, сопротивление усталости будет колебаться в довольно большом диапазоне (0,45-0,85 $\sigma_{\text{в}}$). Так как титан обладает низкой теплопроводностью, оказывать влияние на сопротивление усталости при высоких частотах может нагрев образца. Важно и то, каким

методом испытывают образцы: при испытании методом изгиба-вращения долговечность выше, чем при растяжении-сжатии [4].

1.5 Низкофоновые эксперименты и роль титана

Проблема получения материалов со сверхнизкими концентрациями определенных лимитирующих примесей не решена теоретически и не работают традиционные подходы для ее решения. Более того, решение проблемы усложняется, когда концентрации примесей должны быть на порядки величины ниже уровней 10^{-6} - 10^{-7} %, тогда как известные методы очистки и теоретические основы традиционных методов не действуют при целевых показателях по примесям 10^{-10} - 10^{-11} %. Именно такие целевые уровни определенных лимитирующих примесей, особенно радиоактивных альфа-распадных изотопов урана и тория, должны быть достигнуты в металлических материалах типа титана или других тугоплавких металлов для осуществления прорыва в таких смежных областях, как физика частиц, поиски редких процессов и суб-микроэлектроника. В суб-микроэлектронике указанные материалы являются определяющими при реализации многоуровневых тонкопленочных систем металлизации сверхбольших интегральных схем (СБИС); при переходе на сверхвысокие уровни интеграции (ниже 30 нм) концентрации примесей радиоактивных альфа-распадных изотопов урана и тория становятся функционально лимитирующими. В астрофизике частиц низких энергий и поиске редких процессов большие подземные жидкостные детекторы нейтрино реального времени, а также низкофоновые криогенные детекторы на жидких благородных газах являются признанными безальтернативными инструментами при поиске ответов на такие фундаментальные вопросы, как барионная асимметрия материи, природа «Темной материи», стабильность протона, свойства нейтрино и нейтринных осцилляций. В настоящее время ведется проектирование мега-детекторов следующего поколения с основной целью - увеличение чувствительного объема детектора до масштаба мега-

тонны для жидко-сцинтилляционных детекторов и до десятков тонн для криогенных детекторов [5]. При этом достигнутая на сегодня исключительная радиохимическая чистота используемых материалов и компонентов должна быть сохранена и улучшена. В связи с этим, исследование возможных способов создания ультра-низкофоновых материалов в большом объеме (десятки тонн) и сохранения их чистоты в процессе изготовления конечных изделий, а также оперативный и достоверный контроль радиохимических примесей при сверхнизких концентрациях являются критическими междисциплинарными научными задачами, от решения которых зависит успех запланированных научных программ в физике частиц и редких процессов. В качестве кандидатов на перспективные низкофоновые материалы рассматриваются высокочистые титан, алюминий, нержавеющая сталь и электролитическая медь. Понятие «низкофоновый детектор», кроме самого детектора, включает большое число элементов, к которым предъявляются такие же высокие требования по фоновой чистоте, поэтому кандидатами второй очереди могут оказаться тугоплавкие редкие металлы (вольфрам, тантал, молибден, ниобий и др.). Поэтому в данный момент теоретически и экспериментально исследованы и обоснованы возможности получения титана воспроизводимой особой чистоты по определенным примесям за счет изготовления исходных сверхчистых материалов, разработаны и исследованы методы связывания и удаления определенных критических примесей за счет применения методов магнетермического восстановления, химико-кристаллизационной очистки соединений и металлов, вакуумного электронно-лучевого капельного плавления, электронно-лучевого плавления с "плавающей зоной" и специальных методов деформационной обработки [6]. Также идет ориентация на использование исключительно российских исходных рудных концентратов, накопленного российской промышленностью передового технологического опыта вскрытия рудных концентратов методом хлорирования с последующей многоступенчатой очисткой хлоридов и

магнитоермическим восстановлением. Ядром этих исследований является изучение циклов получения титана, поскольку поисковые эксперименты и теоретический анализ магнитоермического восстановления показали, что этот процесс может быть исходной точкой для получения радиоактивно-чистого титана. Было экспериментально установлено, что центральная часть блока титановой губки, полученного индустриальной магнитоермией, оказывается более чистой по примесям и, особенно, по радиоактивному фону в сравнении с периферией. Это может означать, что при определенных условиях этот процесс в сочетании с последующим вакуумным плавлением и прокаткой будет удовлетворять требованиям получения радиоактивно-чистого титана в виде листового проката. Получение и исследование образцов металлов будет проведено с помощью уникальных бестигельных вакуумных методов плавления, а при холодной и горячей пластической деформации литых материалов максимально использовали защитные газовые среды и вакуум. Установлено, что при определенных условиях индустриальной магнитоермии возможно получение титановой губки с содержанием U/Th ниже 0,1 мБк/кг, что существенно ниже на порядки величин обычно достигаемых концентраций в мире при анализе самыми чувствительными методами, включая масс-спектрометрию с индуктивно-связанной плазмой (MS-ICP) [7]. Научные подходы и экспериментальные результаты, которые будут получены в процессе создания ультранизкофоновое титана с предельно низкими концентрациями таких альфа-распадных изотопов как естественные изотопы урана и тория на уровне 10^{-10} – 10^{-11} %, могут оказаться полезными при получении других металлов особой чистоты и анализе других функционально лимитирующих примесей.

Одним из наиболее интенсивно развивающихся направлений современной физики являются низкофоновые эксперименты, особенность которых состоит в регистрации редких событий. К таким экспериментам, например, относится поиск частиц "тёмной материи" (наиболее крупные эксперименты DarkSide и LUX). Основным препятствием в успешном

проведении таких экспериментов является наличие радиоактивных примесных элементов в конструкционных элементах детекторов, регистрирующих искомые редкие события, что приводит к необходимости использования «сверхчистых» материалов [8]. Последние тенденции также указывают на необходимость увеличения рабочего объема таких детекторов (как правило, это сцинтилляционные камеры) для увеличения вероятности обнаружения редких событий, что ведёт к увеличению массы детекторов. Очевидно, что для создания детекторов нужны значительные объемы особо чистых конструкционных материалов с граничным уровнем радиоактивности менее 0,1 мБк/кг, что соответствует концентрациям излучающих элементов менее 0.1 ppb для урана ^{238}U , менее 0.25 ppb для тория ^{232}Th , менее 0.4 ppb для калия ^{40}K . При этом, необходимая прочность деталей, изготовленных из «сверхчистых» материалов, должна соответствовать общепринятым нормам на инженерное проектирование элементов конструкций, таких как криостаты, емкости большого объема (сотни тонн), трубопроводы, фланцы и т.д. В настоящее время производство таких материалов является проблемой мирового масштаба, поскольку пока ни в одном низкофоновом эксперименте не используются "сверхчистые" материалы с требуемым уровнем радиохимической чистоты, а демонстрируемые образцы таких материалов получены отбором подходящих образцов с помощью "сквозного" анализа многих партий стандартных материалов. Прежде всего, это связано с отсутствием промышленных технологий изготовления конструкционных материалов, которые удовлетворяли бы требованиям, предъявляемым к материалам для изготовления элементов низкофоновых детекторов следующего поколения [9]. Впервые с проблемой получения высокочистых металлов столкнулась мировая микроэлектроника, особенно когда потребовались большие объемы высокочистых металлов для тонкопленочной металлизации сверхбольших интегральных схем (СБИС). В настоящее время рассматриваются два основных конструкционных материалов для изготовления конструкционных

элементов низкофоновых детекторов – нержавеющая сталь и титан. Нержавеющие стали, наряду с железной матрицей, содержат ряд легирующих компонентов (никель, хром, титан), поэтому для гарантированного получения низкофоновых нержавеющих сталей может потребоваться знание элементной "биографии" каждого компонента и это, возможно, потребует серьезной коррекции технологии получения этих сталей. Титан имеет ряд преимуществ по сравнению с нержавеющими сталями (особенно, меньшая удельная масса при оптимальных показателях механических свойств) [3]; однако, физико-химические и технологические аспекты получения низкофонового особо чистого титана до сих пор изобилуют "белыми пятнами". Наиболее близко к решению данной проблемы приблизилась группа исследователей, объединяющих ресурсы НИУ «БелГУ», НИИ ЯФ МГУ, ИФТТ РАН и ОАО СМЗ. Получены результаты, позволяющие рассчитывать на возможность получения "сверхчистого" низкофонового титана в промышленных масштабах. Таким образом, целью всех исследований является решение научной проблемы очистки титановой губки и разработки подходов к сохранению достигнутой радиохимической чистоты на всех этапах переработки титановой губки вплоть до получения финального особо чистого титанового листа.

ПОСТАНОВКА ЗАДАЧ ИССЛЕДОВАНИЯ

Целью данной работы является установление режима термомеханической обработки ультранизкофонового титана для получения оптимального сочетания свойств при использовании материала в технологии штамповки в условиях глубокой вытяжки, с последующим его применением в конструировании низкофоновых детекторов. В связи с этим были поставлены следующие задачи:

- 1) Провести обзор научной литературы на предмет исследований в области низкофоновых экспериментов и роли титана в них

- 2) Разработать экспериментальные режимы термической и механической обработки
- 3) Изготовить экспериментальные образцы ультразвукового титана
- 4) Исследовать структуру и механические свойства экспериментальных образцов ультразвукового титана
- 5) Определить глубину вытяжки ультразвукового титана в зависимости от режимов обработки

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материал исследования

2.2 Подготовка образцов к металлографическим исследованиям

2.3 Методика работы на оптическом микроскопе

2.4 Методика определения среднего размера зерна методом секущих

2.5 Методика испытания на глубокую вытяжку по Эриксену

2.6 Методика испытания на одноосное растяжение

2.7 Микротвердость по Виккерсу

2.8 Техника безопасности и охрана труда

2.1 Материал исследования

В качестве материала для исследования был выбран ультранизкофоновый титан [10] с химическим составом представленным ниже в таблице 2.1.

Таблица 2.1

Химический состав ультранизкофонового титана

Ti,%	Fe,%	Cl,%	N,%	O,%	Si,%	N,%	C,%	U,ppb	Th,ppb
~99,8	0.010	0.08	0.003	0.032	0.002	0,003	0.004	<0,003	<0,05



Рис. 2.1 Этапы получения сверхчистого титана

1. В качестве материала исследования использовались образцы титана, полученные при спекании титановой губки. Измельчение титановой губки производилось в щековой мельнице с «щеками» из чистого титана (собственное производство), с целью облегчения технологического процесса получения слитка. Губка проходила от 8 до 10 циклов помола.
2. Далее измельченную губку разделяли на фракции с помощью полиэтиленового сита. Фракции 0-20мм были отобраны для дальнейшего прессования.
3. Прессование отобранной губки производилось на гидравлическом прессе с максимально возможным давлением в 500тонн. Прессование производилось с целью компактирования губки, а так же с целью открыть закрытые поры, в которых может содержаться магний. Изготовлены специальные плоские байки из чистого титана для предотвращения контакта губки и стальных байков пресса. Между байков укладывалась губка весом около 100грамм. Давление при прессовании составляло 60-70тонн на 100см².
4. Прессованная губка помещалась на подложку из чистого титана в компактную форму (близкую к форме медного глуходонного кристаллизатора) для облегчения технологического процесса переплава
5. Вакуумный отжиг и спекание компактированной прессованной губки произведен при 1300⁰С и давлении остаточного газа в камере в 1x10⁻⁴Торр в чистой вакуумной печи.
6. Полученный «брикет» из отожжённой титановой губки помещен в чистый полиэтиленовый контейнер, который заполнялся аргоном. Полученный брикет весом около 2.5кг отправлен в контейнере в Черноголовку, для переплавки в новые слитки
7. Из полученных слитков обработкой резанием были получены заготовки, которые в последствии подвергались различному механико-термическому воздействию.

8. Прокатка заготовок осуществлялась на прокатном стане «ВЭМ-3 СМ» обжатием за проход 6-8% со скоростью 50 мм/с.
9. Нагрев под закалку осуществлялся в муфельной печи «Noberterm». После каждой проведенной операции прокатки, осуществлялся отмыв заготовок с помощью ультразвука в изопропиловом спирте.
10. Отжиг полученных заготовок производился в кварцевой трубке, в которой поддерживался вакуум $1 \cdot 10^{-3}$ Па.
11. Из полученных прокаткой полос на электроэрозионном станке “Sodick AQ300L” вырезались образцы для проведения механических испытаний согласно требованиям ГОСТ.
12. Для выявления зеренной структуры титановые образцы подвергали химическому травлению в растворе, содержащем 1 мл HNO_3 , 2 мл HF и 40 мл H_2O .

На следующем этапе проводилась деформационно-термическая обработка. Для определения оптимальных режимов и степени их влияния на механические свойства были разработаны несколько режимов воздействия. В результате были получены листы титана толщиной 1 мм.

Режимы обработки представлены ниже:

Режим №1

Теплая прокатка (300°C) со сменой направлений исходного слитка с суммарной степенью деформации 80% по 6-8% за проход, отжиг $T=550^\circ\text{C}$

Режим №2

Холодная прокатка 25% с последующим вакуумным отжигом при 700°C

Режим №3

Теплая (300°C)-холодная прокатка со сменой направлений исходного слитка с суммарной степенью деформации 80% по 6-8% за проход, с последующим отжигом 450°C в течении 15 минут.

Режим №4

Прокатка с суммарным обжатием 50% при 600°C

Режим №5

Прокатка с суммарным обжатием 25% при 600°С

Режим №6

Теплая(300°С)-холодная прокатка со сменой направлений исходного слитка с суммарной степень деформации 80% по 6-8% за проход.

2.2 Подготовки образцов к металлографическим исследованиям

Для металлографических исследований используются шлифы, предназначенные для микроскопических исследований с помощью электронного и оптического микроскопов, количественной и качественной оценки структурных составляющих, электронно-зондового микроанализа.

Правильная подготовка шлифов является важной составляющей исследования, так как от их качества будет зависеть достоверность результатов. Подготовка поверхности образцов осуществлялось путем шлифовки и последующей полировки. Шлифование осуществляется на плоском основании или на вращающемся круге, на поверхность которого либо наклеена абразивная бумага, либо закреплена зажимным кольцом. Для получения качественной поверхности микрошлифа, при шлифовании необходимо периодически менять нождачную бумагу: с большей зернистости на меньшую. При смене шкурки необходимо сменить направление шлифования на 90°. Недопустимо переходить от грубых шлифовальных кругов сразу к мелким, так как грубые штрихи от предыдущей обработки забиваются порошком мелкого абразива и металлической пылью, что создает ложное впечатление хорошей обработки поверхности. Для равномерности износа бумаги и исключения односторонней обработки образец при шлифовке следует медленно передвигать между центром и периферией вращающегося диска.

Вторым этапом после шлифовки является полировка. Она устраняет риски, оставшиеся на образцах от воздействия абразивных частиц. Таким образом мы устраняем все неровности поверхности, не деформируя металл. Также полировка шлифа может осуществляться механическим, электролитическим или химическим способами. Механическую полировку производят на специальном полировальном станке, диск которого обтянут фетром, сукном или бархатом, или вручную. Сплавы, в структуре которых имеются легко выкрашивающиеся включения, рекомендуется полировать на тканях, лишенных ворса, например, на фетре. Полировальный диск смачивают полировальной жидкостью, состоящей из воды, в которой во взвешенном состоянии находятся очень мелкодисперсные частицы полировального порошка: окись хрома, окись алюминия, окись железа или другие соединения. Возможно использование суспензий из полировального порошка и органических жидкостей (спирта, керосина, глицерина).

Полировка образцов проводилась с использованием полировочных дисков, DP- суспензий размером абразивных частиц 3 мкм и коллоидно-кремниевой суспензии OP-S с размером абразивных частиц 0.04 мкм. Таким способом была подготовлена поверхность всех образцов для измерения микротвердости, металлографических исследований на сканирующем электронном микроскопе.

Иногда механическая полировка не дает ожидаемых результатов, либо поверхность шлифа является упрочненной, тогда прибегают к электролитической или химической полировке.

Отполированный образец исследуется под микроскопом еще до травления. Такое изучение нетравленного шлифа позволяет определить наличие дефектов (трещин, пор и т.п.) и неметаллических включений. Далее необходимо промыть, обезжирить и высушить отполированный образец.

Для обезжиривания применяют спирт этиловый (C_2H_5OH), спирт метиловый (CH_3OH), эфир этиловый ($C_4H_{10}O$), ацетон (C_3H_6O). Образцы промывают в отдельных случаях теми же жидкостями, что и обезжиривают, но чаще всего

водой (водопроводной или дистиллированной). После промывки образец высушивают фильтровальной бумагой или подогретым сухим воздухом.

Большинство способов выявления микроструктуры сводится к выявлению границ между фазами, к получению рельефа на поверхности зерен и окрашиванию фаз или структурных составляющих. При этом удается выявить качественное различие фаз, двойниковые образования, блочную структуру и ориентировку зерна относительно плоскости шлифа и взаимную ориентировку зерен.

2.3 Методика работы на оптическом микроскопе

Оптический микроскоп – оптический прибор для получения увеличенных изображений объектов или деталей их структуры, невидимых невооружённым глазом. Оптическая система микроскопа состоит из основных элементов - объектива и окуляра. Они закреплены в подвижном тубусе, расположенном на металлическом основании, на котором имеется предметный столик. В данном микроскопе так же есть осветительная система, макро- и микро - винты для настройки резкости .

Объектив микроскопа представляет собой сложную оптическую систему, образующую увеличенное изображение объекта, и является основной и наиболее ответственной частью микроскопа. Объектив создает изображение, которое рассматривается через окуляр. Поскольку окуляры могут давать существенное увеличение, то и оптические искажения, вносимые объективом, также будут увеличены окуляром [18]. С помощью оптического микроскопа OLYMPUS GX71 и программы Analy SIS Start были проведены исследования поверхности образцов и оценка пористости. Исследования проводились при следующих увеличениях: x50, x100.

2.4 Методика определения среднего размера зерна методом секущих

Метод подсчета пересечений границ зерен состоит в подсчете зерен, пересеченных отрезком прямой, и определении среднего условного диаметра. Для того чтобы провести статистический анализ, прежде всего, необходимо определиться с количеством измерений. Обычно количество измерений колеблется в пределах 300...500.

Для определения среднего размера зерна на изображениях, полученных при помощи оптического микроскопа, проводили вертикальные и горизонтальные линии. Было посчитано количество пересечений границ зерен с проведенными секущими линиями. На основании данных результатов был оценен средний размер зерна по формуле .

$$D_{cp} = L/N \quad (4),$$

где L длина секущей линии (мм); N – количество пересечений границ зерен с секущей линией.

2.5 Методика испытания на выдавливание листов и лент по Эриксену

Испытание на глубокую вытяжку по Эриксену проводилось согласно ГОСТ 10510-80 [19]. Квадратные образцы ультранизкофонового титана закреплялись между матрицей и прижимным кольцом с помощью четырех болтов. Штамп (рисунок 2.2) для испытания был разработан и изготовлен согласно нормам вышеуказанного ГОСТа на базе лаборатории. Испытание заключается в вытяжке сферической лунки в приборе на глубину до момента уменьшения усилий вытяжки. Результат определяется глубиной вытянутой лунки без нарушения целостности испытуемого металла. Скорость выдавливания лунки составляла 1,5мм/мин. Повреждения образца (растрескивания, отслаивания) выявлялось визуально, либо с помощью приборов. За прочность (эластичность) материала принимается глубина

погружения пуансона, при которой образец не повреждается. Испытания проводились с помощью установки Instron 3369.

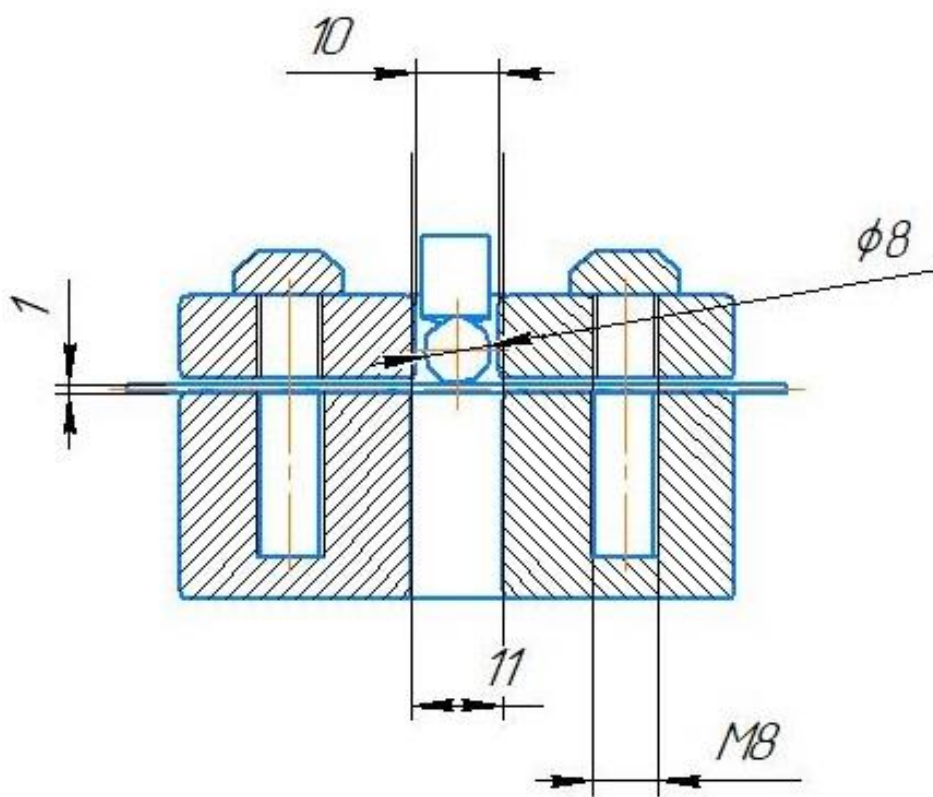


Рис. 2.2 Чертеж штампа для испытания на глубокую вытяжку по Эриксену (10мм- диаметр отверстия прижимного кольца, 11мм- диаметр отверстия матрицы, М8- болт с шагом резьбы 1,25, 8мм- диаметр пуансона)

2.6 Методика испытания на одноосное растяжение

Механические испытания на растяжение образцов проводили согласно ГОСТ 11701–84 «Методы испытаний на растяжение тонких листов и лент» [20]. Испытания проводили на плоских образцах с длиной рабочей части 4 мм и размерами поперечного сечения 1,5×3 мм. Схема образца приведена на рисунке 2.3. Образцы для испытания на одноосное растяжение были изготовлены из ультранизкофонового титана и прошли все этапы переработки (измельчение титановой губки, прессование, вакуумно-дуговой переплав, прокатка и отжиг).

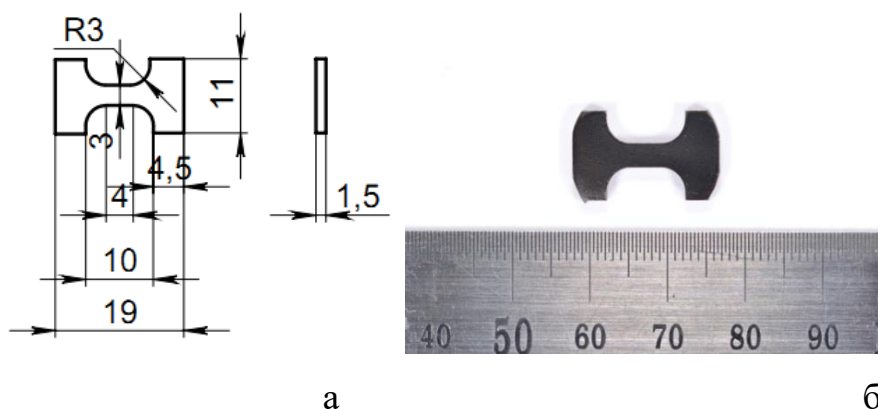


Рис. 2.3 Схема образца для испытания на растяжение (а); вырезанный образец композита для испытаний на растяжение (б)

Деформация образцов осуществлялась по схеме одноосного растяжения на универсальной испытательной машине Instron–5882 при температуре 20°C и скорости деформации $1 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Для определения относительного удлинения δ на поверхность образцов алмазной иглой наносили тонкие поперечные риски. Расстояние между ними измеряли до и после испытания на инструментальном микроскопе OlympusSTM 6. Погрешность измерения составляла (0,5%).

2.7 Микротвердость по Виккерсу

Использовался метод измерения микротвердости по Виккерсу с применением программы Hardtest [21]. В качестве индентера используется правильная четырехгранная алмазная пирамида с углом при вершине 136°. Нагрузка 0,1Н, время погружения индентера 10 секунд, 10 замеров для каждого образца. Число твердости HV определяют делением нагрузки в килограммах на площадь боковой поверхности полученного пирамидального отпечатка:

$$HV = (2P \sin \alpha / 2) / d = 1,854P / d$$

2.8 Техника безопасности и охрана труда

Охрана труда и техника безопасности представляет собой целый комплекс мероприятий, которые разработаны и направлены на обеспечение безопасности здоровья работников на рабочих местах в рабочее время при выполнении своих обязанностей, при работе с оборудованием. Работать в лаборатории необходимо в халате, защищая одежду и кожу от попадания и разъедания реактивами. Рабочее место следует поддерживать в чистоте, не загромождать его посудой и побочными вещами. Студентам запрещается работать в лаборатории без присутствия преподавателя или лаборанта, а также в неустановленное время без разрешения преподавателя. При неисправности в работе электроприбора (например, подсветка в микроскопе) необходимо обратиться к преподавателю. Чинить самостоятельно приборы запрещается.

ГЛАВА 3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

3.1 Микроструктура образцов ультранизкофонового титана после обработки.

3.2 Результаты механических испытаний.

3.3 Экономическое обоснование внедрения разработки.

3.1 Микроструктура образцов ультранизкофонового титана после обработки

Для подтверждения рассуждений о пригодности ультранизкофонового титана для изготовления радиационно - чистых детекторов нового поколения были проведены исследования микроструктуры в соответствии с шестью разработанными режимами термической и механической обработки. Результаты представлены на рисунках.

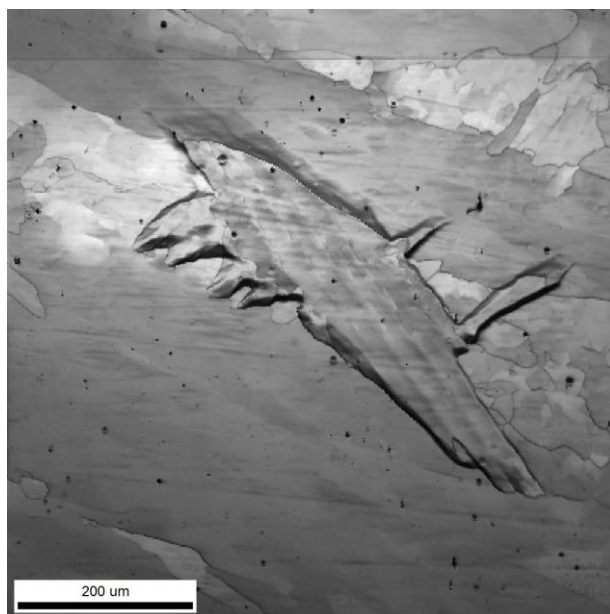


Рис. 3.1 Исходное состояние

Исходный слиток (рисунок 3.1) имеет крупное зерно и низкое содержание примесей. Поскольку высокочистый титан, в отличие от сплавов ВТ1-0 и ВТ1-00, при охлаждении после спекания претерпевает полиморфное превращение по диффузионному пути (ВТ1-0 и ВТ1-00 по мартенситному), не возникает препятствий для роста деформационных двойников.

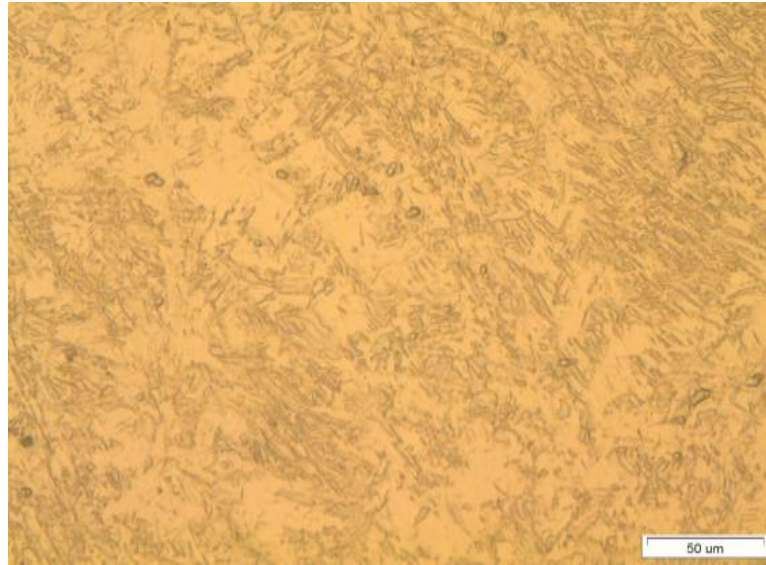


Рис. 3.2 Микроструктура образца №1 (прокатка $\epsilon=80\%$ при $T=300^{\circ}\text{C}$, отжиг $T=550^{\circ}\text{C}$)

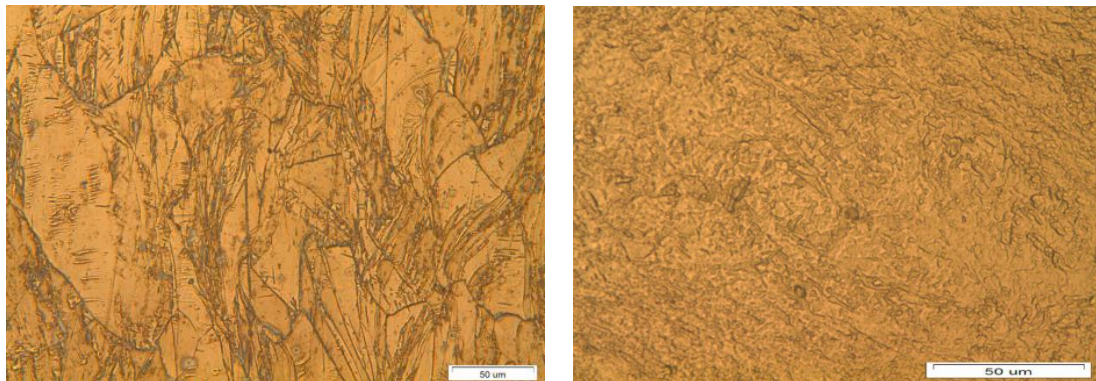


Рис. 3.3 а) микроструктура образца №2 (прокатка 25%, вакуумный отжиг 700°C); б) Микроструктура образца №3 (чередование холодной и теплой ($T=300^{\circ}\text{C}$) $\epsilon=80\%$ и последующим отжигом при $T=450^{\circ}\text{C}$)

Образцы №1, 2, 3 имеют относительно однородную мелкозернистую структуру, что позволяет прогнозировать хорошие механические и эксплуатационные свойства для конструирования низкофоновых детекторов. Исследование структуры показало, что после режима термо-механической обработки №3 структура становится более однородной и мелкозернистой (с

размером зерен около 2 мкм), а вакуумный отжиг позволяет снять напряжения после интенсивной пластической деформации.

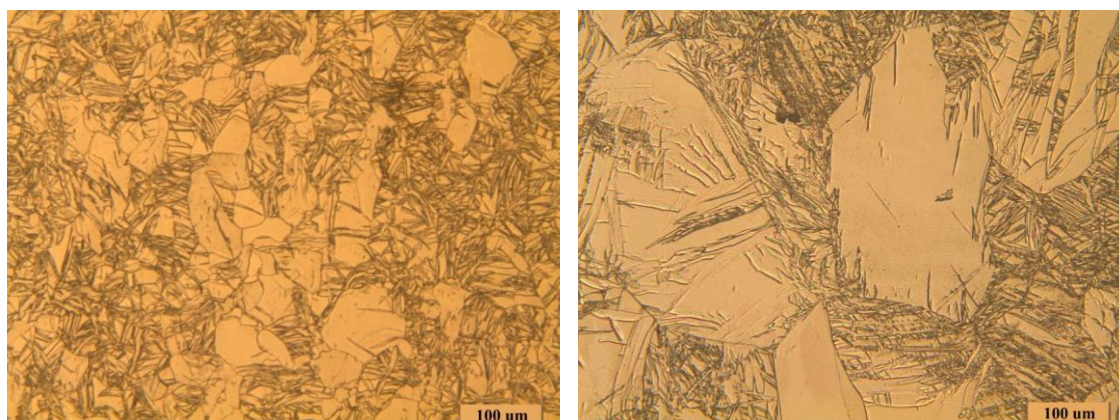


Рис. 3.4 а) микроструктура образца №4(прокатка $\epsilon=50\%$ при $T=600^{\circ}\text{C}$);
б) микроструктура образца №5 (прокатка $\epsilon=25\%$ при $T=600^{\circ}\text{C}$)

В образцах № 4, 5, 6 в процессе прокатки возникли зерна с фрагментированной структурой и зерна, в которых за счет неблагоприятной ориентации не произошло измельчения зерен в процессе двойникования. Небольшая степень деформации не позволила в полной мере проработать структуру, что привело к неоднородности распределения внутренних напряжений



Рис. 3.5 Микроструктура образца №6 (прокатка при комнатной температуре)

Дальнейшим испытаниям, на глубокую вытяжку в частности, будут подвергаться образцы, прошедшие режим обработки №1, 2, 3. Исходя из анализа микроструктуры, только у данных образцов можно прогнозировать хорошие механические свойства для конструирования детекторов.

3.2 Результаты механических испытаний

Результаты испытаний на холодную вытяжку представлены кривыми «напряжение-удлинение» (рис.3.6). По кривой представленной для образца №1 ($\varepsilon=80\%$ при $T=300^\circ\text{C}$, отжиг $T=550^\circ\text{C}$) видно, что в данном состоянии материал обладает наиболее высокими пластическими и прочностными характеристиками. Увеличение вытяжки материала связано с тем, что в процессе собирательной рекристаллизации образуются крупные зерна свободные от большого числа дислокаций, что приводит к увеличению длины свободного их пробега и как следствие хорошей пластичности. Прочностные характеристики повышены из-за различия в размерах зерен. Максимальная деформация при вытяжке составляет $\approx 4\text{мм}$, максимальное напряжение до разрушения $\approx 1680\text{МПа}$.

Ультранизкофонный титан $\varepsilon=25\%$, отжиг при $T=700^\circ\text{C}$ показывает высокие прочностные и пластические характеристики, это связано с увеличением длины свободного пробега дислокаций, а также с перераспределением дефектов по структуре при процессах полигонизации. Максимальная деформация при вытяжке $\approx 3,4\text{мм}$, максимальное напряжение до разрушения образца в данном случае $\approx 1530\text{МПа}$, данная характеристика увеличивается в сравнении с исходным материалом приблизительно в 3 раза.

Образец титана, у которого $\varepsilon=80\%$ и отжиг при $T=450^\circ\text{C}$, показывает меньшую вытяжку и максимальное напряжение до разрушения в сравнении с материалом подверженном $\varepsilon=80\%$, отжиг при $T=550^\circ\text{C}$, это связано с тем, что при процессах рекристаллизации происходящих в материале после отжига при $T=450^\circ\text{C}$ уменьшается количество свободных дислокаций, за счет

образования большого числа высокоугловых границ, это и приводит к меньшей величине пластических и прочностных характеристик материала. Максимальная деформация до разрушения при вытяжке $\approx 2,8$ мм, максимальное напряжение до разрушения ≈ 1450 МПа.

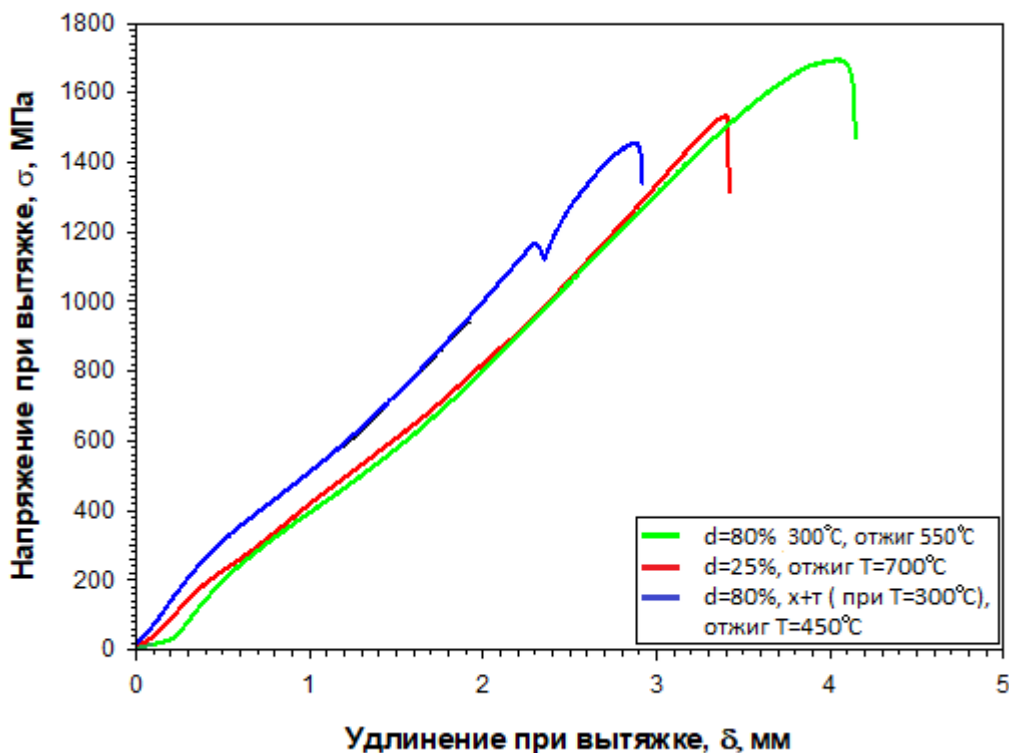


Рис. 3.6 Кривые вытяжки образцов ультранизкофонового титана

В ходе проделанной работы также были рассмотрены структуры образцов (рисунок 3.7-3.9) после вытяжки. В образцах титана наблюдаются полосы скольжения, о чем свидетельствует матовая поверхность лунки вытяжки, причем в образце после отжига при $T=450^{\circ}\text{C}$ ($\epsilon=80\%$, образец №3 в таблице 3.1) полосы скольжения не ярко выражены, поверхность матовая только в вершине лунки.



Рис. 3.7 Образец №1 после вытяжки



Рис. 3.8 Образец №2 после вытяжки



Рис. 3.9 Образец №3 после вытяжки

В таблице 3.1 представлены усредненные результаты испытаний на холодную вытяжку при комнатной температуре образцов ультранизкофонового титана после деформации и деформации и отжига при разных температурах. Протокол испытаний представлен в таблице 3.2.

Таблица 3.1

Результаты испытаний

№ п/п	Режимы	Размер зерна, мкм	Максимальное напряжение до разрушения, МПа	Максимальная деформация при вытяжке, мм
1	$\epsilon=80\%$ при $T=300^{\circ}\text{C}$, отжиг при $T=550^{\circ}\text{C}$	2,5	1680	4
2	$\epsilon=25\%$, отжиг при $T=700^{\circ}\text{C}$	3,2	1530	3,4
3	$\epsilon=80\%$, отжиг при $T=450^{\circ}\text{C}$	2	1450	2,8

Таблица 3.2

Протокол испытания

Номер	Дата	Маркировка	Диаметр образца, мм	Толщина образца, мм	Средняя глубина лунки, мм
1	06.05.2018	$\epsilon=80\%$ при $T=300^{\circ}\text{C}$, отжиг при	70	1	4

		T=550 °C			
2	06.05.2018	$\epsilon=25\%$, отжиг при T=700°C	70	1	3,4
3	06.05.2018	$\epsilon=80\%$, отжиг при T=450°C	70	1	2,8

Дополнительно был определен условный предел текучести и предел прочности ультразвукофонового титана при одноосном растяжении, так как график, полученный при испытании на глубокую вытяжку, не позволил нам исследовать данную характеристику. На рисунке 3.10 представлены результаты механических испытаний на растяжение образцов титана, изготовленных по разработанным режимам.

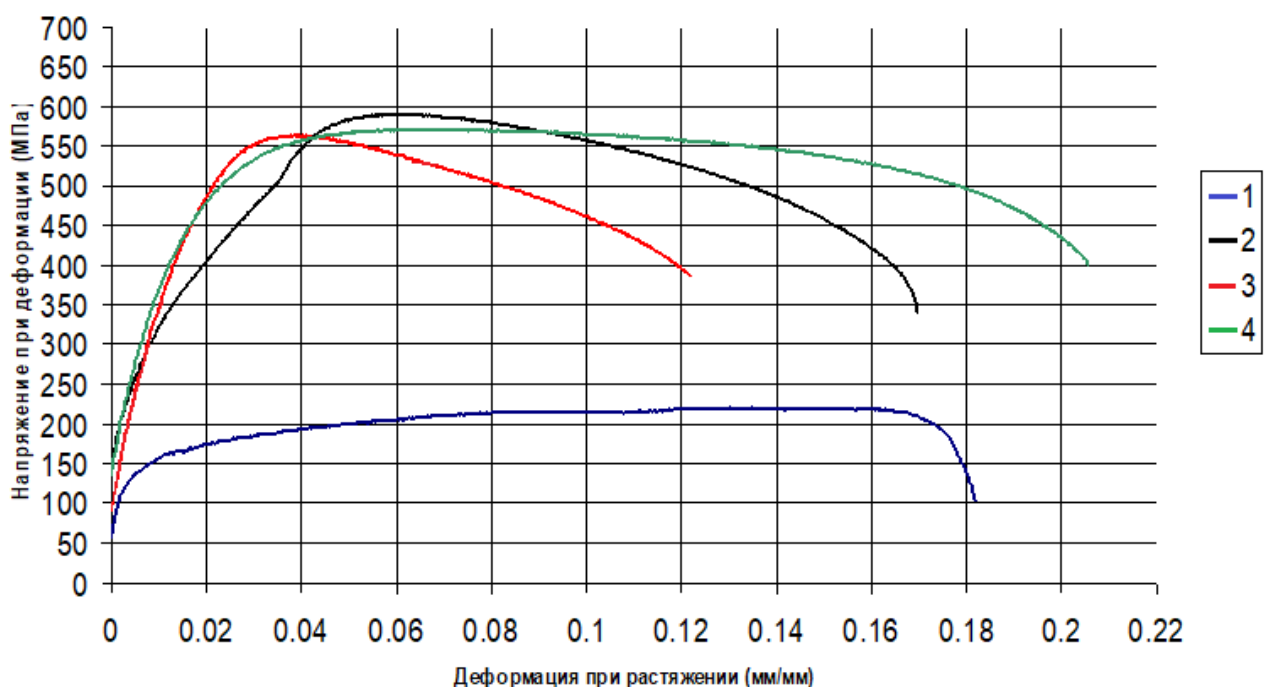


Рис. 3.10 Результаты испытания на одноосное растяжение образцов, прошедших различное механико-термическое воздействие (1- литое

состояние; 2- теплая прокатка 80% ($T=300\text{ }^{\circ}\text{C}$), отжиг $T=550\text{ }^{\circ}\text{C}$; 3-холодная прокатка 25%, отжиг $700\text{ }^{\circ}\text{C}$; 4-холодная+теплая ($T=300\text{ }^{\circ}\text{C}$) прокатка 80%, отжиг $450\text{ }^{\circ}\text{C}$)

Видно, что при всех режимах обработки (кривые 2,3,4 на рисунке 3.10) предел прочности повышается более чем в два раза в сравнение с исходным литым состоянием (кривая 1 на рисунке 3.10) за счет значительного уменьшения размера зерна. При этом деформация до разрушения у образца не прошедшего отжиг (кривые 3 на рисунке 3.10) значительно меньше, чем у образцов после отжига (кривые 2,4 на рисунке 3.10). Причиной этого является снятие внутренних напряжений возникших в результате деформационного воздействия при прокатке.

Незначительное падение прочностных характеристик после отжига (кривая 4 на рисунке 3.10) свидетельствует о том, что температурное воздействие $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ не приводит к началу процесса рекристаллизации.

Исследования показывают, что отжиг приводит к более равномерному распределению механических свойств в сравнение с неотожженными образцами.

В таблице 3.3 представлены механические характеристики уже существующих сплавов и исследованного нами ультранизкофонового титана. Помимо этого указано содержание радиоактивных примесей (урана и тория) для образцов ультранизкофонового титана [22]. Надежность металла, работающего при криогенных температурах, скорее зависит не от величины параметров прочности, а от равномерности их распределения. Оптимальным материалом для изготовления корпусов детекторов и криостатов можно назвать титан, обработанный в режиме 1. В условиях поставки его механические свойства превышают свойства VT1-00 почти в 2 раза [23]. При этом данный режим обработки позволил сохранить максимальную чистоту титана от радиоактивных примесей ($U < 0.003\text{ ppb}$, $Th < 0.05\text{ ppb}$). Предел прочности и удлинение при вытяжке для образца №1 оказались

максимальными. Средний размер зерна в пределах допустимого значения, хоть и не является минимальным (2, 5 мкм). Дополнительные испытания на микротвердость по Виккерсу подтвердили, что образец №1 будет лучшим кандидатом для наших целей. Микротвердость по Виккерсу для образца №1 оказалась максимальной и составила 165 HV, тогда как для №2-160 HV, а для №3 всего 150 HV.

Таблица 3.3

Механические свойства и содержание U/Th (только для сверхчистого титана)

Материал	HV	$\sigma_{0,2}$, Мра	σ_b , Мра (при растяжении)	U, ppb	Th, ppb
VT1-00	110- 140	250-380	300-450	-	-
VT1-0	120- 160	300-420	400-450	-	-
VT16	170- 400	600- 1000	1000-1500	-	-
Литое состояние ультранизкофонового титана	140	150	220	<0,003	<0,05

Образец №1	165	420	590	<0,003	<0,05
Образец №2	160	410	565	0,83	0,67
Образец №3	150	415	575	1,11	1,25

3.3 Экономическое обоснование внедрения разработки

Техническая эффективность от применения титана по сравнению со многими традиционными материалами не нуждается в дополнительных доказательствах- она очевидна. Все ключевые моменты были описаны в обзоре литературы и подтверждены результатами наших исследований.

Вопросы экономической эффективности более сложны. В ранних работах обращалось внимание на значительно более высокую цену титановых полуфабрикатов по сравнению с другими металлами и сплавами, на основании чего делался вывод о существенном удорожании деталей или конструкций при изготовлении их из титана. Однако по истечении определенного периода эксплуатации титановых конструкций, работающих в различных отраслях промышленности, был выявлен ряд важнейших факторов, которые необходимо учитывать при расчете экономической эффективности.

Так, например, стоимость единицы массы полуфабрикатов из титана дороже полуфабрикатов из качественных сталей марки 0X18H10T в 5,5-7 раз (листы), 5,2-6,3 раза (прутки). Однако с учетом малого удельного веса титана стоимость единицы объема титана (листы) лишь в 1,6-2 раза выше стоимости стали 0X18H10T, а в сравнении с листовой высоколегированной сталью 0X23H28M ниже на 43%. Высокая прочность большинства титановых

сплавов позволяет применять в ряде конструкций профили малого сечения, что приводит к уменьшению их массы и объема (что как раз немаловажно при конструировании низкофоновых детекторов).

В большинстве промышленных агрессивных сред издержки, обусловленные потерями металла с равных площадей за одинаковый период времени, при использовании титана значительно ниже, чем в случае применения нержавеющей стали. Соответственно, стоимость титанового оборудования оказывается лишь в 2-3 раза выше, чем стоимость стального, а в ряде случаев- одинаковой. Высокая коррозионная стойкость титана обуславливает значительно более долгий срок службы изделий , работающих в агрессивных промышленных средах, по сравнению с изделиями из таких материалов, как чугун, углеродистые и легированные стали, что существенно снижает затраты на ремонт и переоборудование.

Таким образом, при расчете экономической эффективности кроме первоначальной стоимости изделия необходимо учитывать следующие факторы: уменьшение массы конструкции при сохранении ее надежности; возможность создания принципиально новых механизмов и изделий, технологических процессов, внедрение комплексной механизации и автоматизации; увеличение срока службы изделия, а следовательно, сокращение простоев и затрат на ремонт, уменьшение численности ремонтного персонала; возможность использования более агрессивных сред, высоких давлений и температур; использование более коротких технологических схем и улучшение качества за счет ликвидации коррозии.

Учитывая современный уровень знаний в области титана и его сплавов, которые охватывают благоприятное сочетание характеристик этих материалов для изделий машиностроения, экономический эффект, получаемый при их использовании, можно прогнозировать все более широкое применение титана. В низкофоновых экспериментах в том числе.

ВЫВОДЫ

- 1) Были установлены режимы термо-механической обработки ультранизкофонового титана для получения оптимального сочетания свойств при использовании материала в технологии штамповки в условиях глубокой вытяжки, с последующим его применением в конструировании низкофоновых детекторов.
- 2) Образцы, прошедшие режимы обработки №1,2 и 3 имеют относительно однородную мелкозернистую структуру, что позволяет прогнозировать хорошие механические и эксплуатационные свойства для конструирования низкофоновых детекторов.
- 3) Испытания на глубокую вытяжку показали, что образец ультранизкофонового титана, обработанный режимом №1, имеет наиболее оптимальное сочетание свойств. Максимальная деформация при глубокой вытяжке данного образца составила ~4мм.

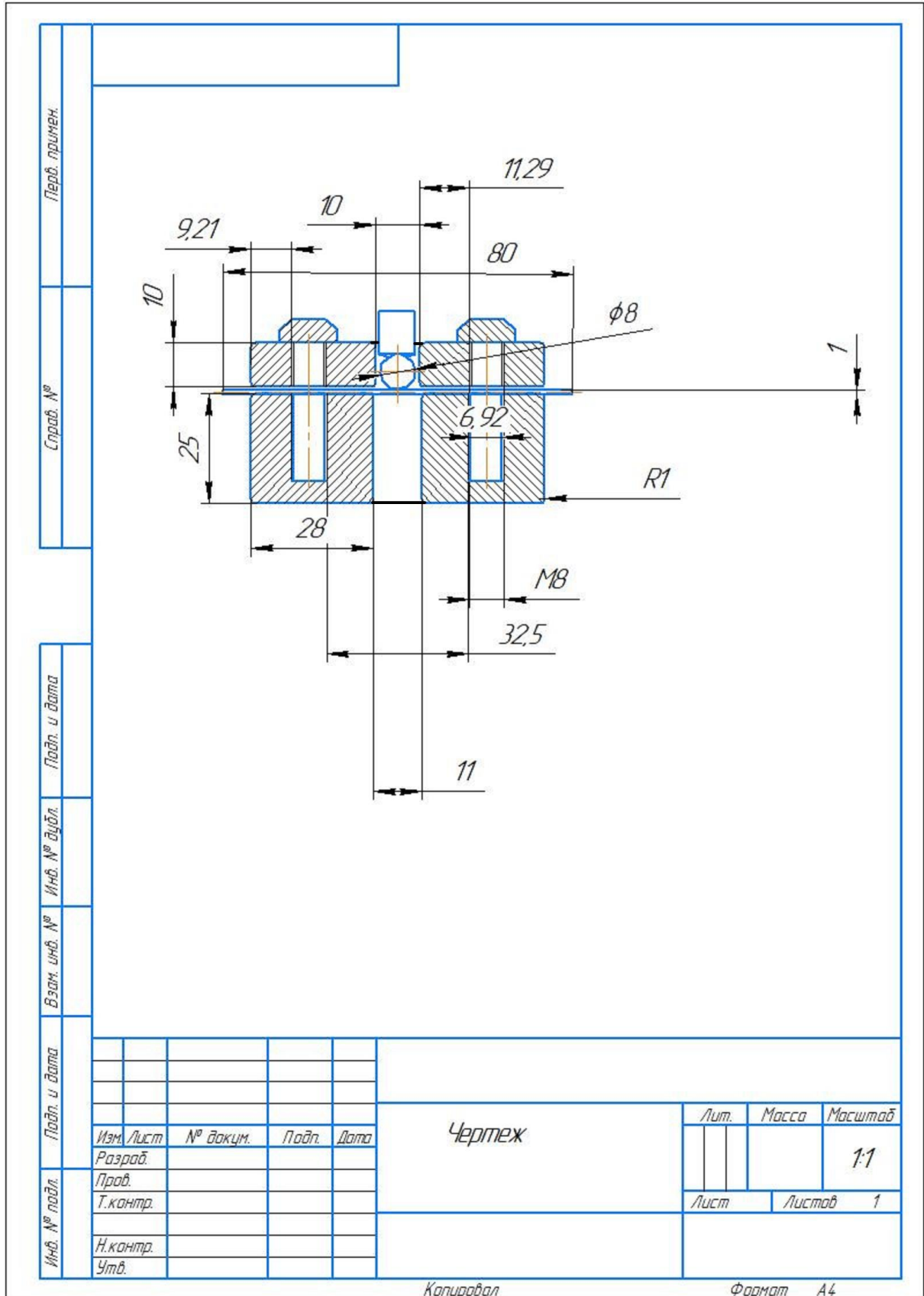
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Агеев Н. В. Кристаллохимия титана, его соединений и сплавов. В кн.: *Металлургия и металловедение*. М., «Наука», 1959, с.3-6.
2. Агеев Н. В., Петрова Л. А. Общие закономерности стабилизации β -твердого раствора в сплавах титана.-*ДАН СССР*, т.138, №2, с.58-61.
3. Алферова Н.С., Шевченко В.Н. О рекристаллизации холоднодеформированных титановых сплавов,- В кн.: *Структура и свойства текстурированных металлов и сплавов*. М., «Наука», 1969, с.153-160.
4. W. Maneschg, M. Laubenstein, D. Budjas, W. Hampel, G. Heusser, K.T. Knopfle, B. Schwingenheuer, H. Simgen, Measurements of extremely low radioactivity levels in stainless steel for GERDA, *Nuclear Instrum. Meth. A*593 (2008) 448– 453, doi:10.1016/j.nima.2008.05.036.
5. D.S. Akerib, et al., First results from the LUX dark matter experiment at the Sanford underground research facility, *Phys. Rev. Lett.* 112 (2014) 091303, doi:10.1103/PhysRevLett.112.091303.
6. E. Mozhevitina, A. Chepurnov, A. Chub, I. Avetissov, V. Glebovsky, S. Nisi, M.L.d. Vacri, Y. Suvorov, Study of the Kroll-process to produce ultra-pure Ti for the low background experiments, *AIP Conf. Proc.* 1672 (2015) 050001, doi:10.1063/1.4927986.
7. E. Aprile, et al., Physics reach of the XENON1T dark matter experiment, *JCAP* 1604 (04) (2016) 027, doi:10.1088/1475-7516/2016/04/027.
8. M.J. Carson, et al., Neutron background in large scale xenon detectors for dark matter searches, *Astropart. Phys.* 21 (2004) 667–687, doi:10.1016/j.astropartphys.2004.05.001.
9. V. Tomasello, M. Robinson, V.A. Kudryavtsev, Radioactive background in a cryogenic dark matter experiment, *Astropart. Phys.* 34 (2010) 70–79, doi:10.1016/j.astropartphys.2010.05.005.
10. M.K. Pham, J.A. Sanchez-Cabeza, P.P. Povinec, Radionuclides in Irish Sea Sediment, IAEA-385, 2005. International Atomic Energy Agency.

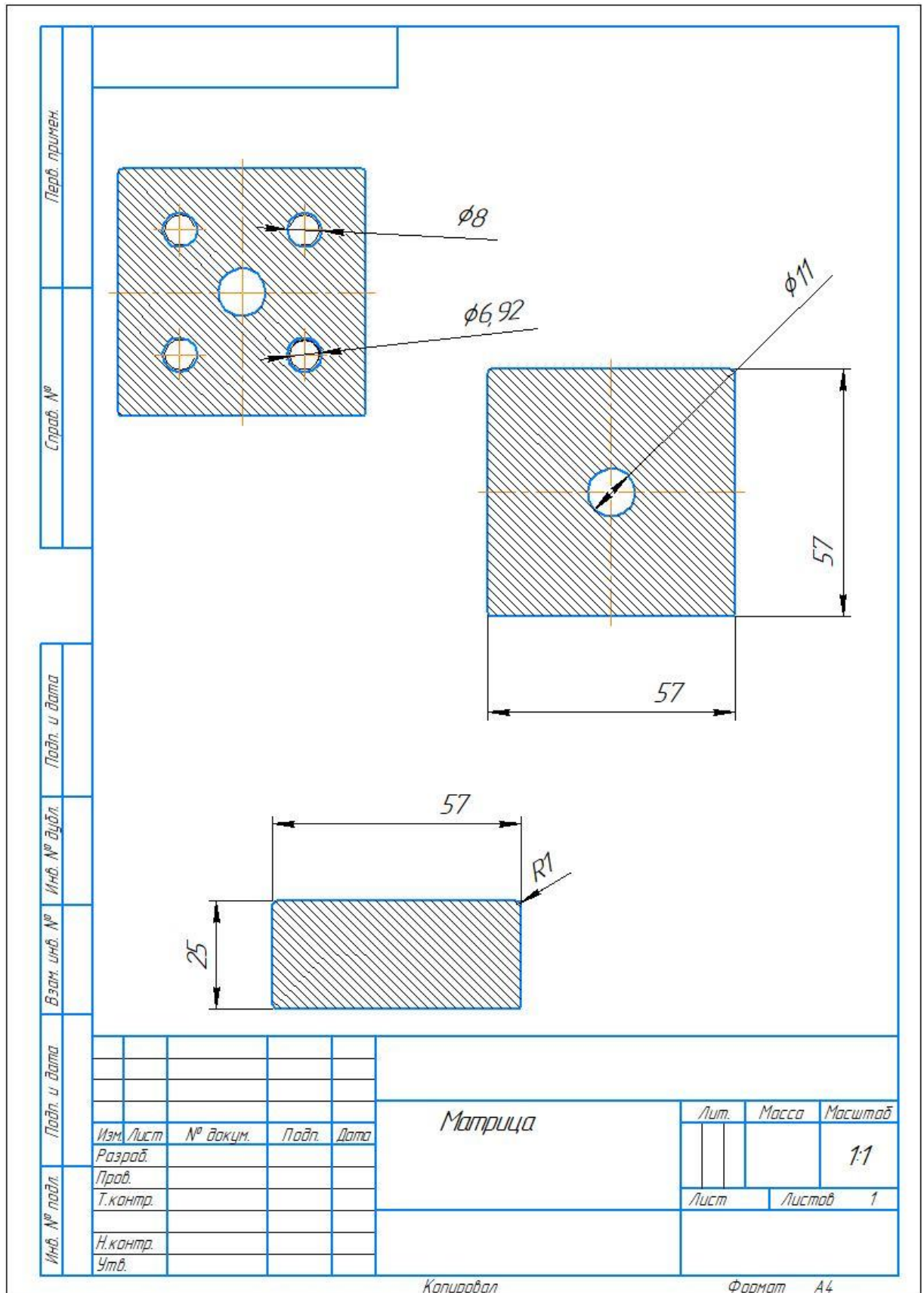
11. E. Aprile, et al., Study of the electromagnetic background in the XENON100 experiment, *Phys. Rev. D* 83 (2011) 082001, doi:10.1103/PhysRevD.83.082001. <https://doi.org/10.1103/PhysRevD.85.029904>[Erratum: *Phys. Rev. D* 85, 029904 (2012)].
12. D.S. Akerib, et al., Results from a search for dark matter in the complete LUX exposure, *Phys. Rev. Lett.* 118 (2) (2017) 021303, doi:10.1103/PhysRevLett.118.021303.
13. PTG - Performance Titanium Group, 2015 8400 Miramar Rd Suite 200-248C San Diego, CA 92126-4387, USA.
14. W.B. Wilson, R.T. Perry, W.S. Charlton, T.A. Parish, Sources: a code for calculating (α , n), spontaneous fission, and delayed neutron sources and spectra, *Prog. Nuclear Energy* 51 (4-5) (2009) 608–613, doi:10.1016/j.pnucene.2008.11.007. (SOURCES-4C).
15. V. Álvarez, et al., Radiopurity control in the NEXT-100 double beta decay experiment: procedures and initial measurements, *J. Instrum.* 8 (2013) T01002, doi:10.1088/1748-0221/8/01/T01002.
16. M. Herman, R. Capote, B. Carlson, P. Oblozinsky, M. Sin, A. Trkov, H. Wienke, V. Zerkin, EMPIRE: nuclear reaction model code system for data evaluation, *Nuclear Data Sheets* 108 (2007) 2655–2715, doi:10.1016/j.nds.2007.11.003
17. M. Herman, R. Capote, B. Carlson, P. Oblozinsky, M. Sin, A. Trkov, H. Wienke, V. Zerkin, EMPIRE: nuclear reaction model code system for data evaluation, *Nuclear Data Sheets* 108 (2007) 2655–2715, doi:10.1016/j.nds.2007.11.003.
18. ГОСТ Р 56169-2014. Оптика и оптические приборы. Микроскопы операционные. Технические требования. Методы испытаний. М.: Стандартинформ, 2015.
19. ГОСТ 10510-80 (СТ СЭВ 478-77, ИСО 8490-86) Металлы. Метод испытания на выдавливание листов и лент по Эриксену (с Изменениями N 1, 2). М.: Издательство стандартов, 1993.

20. ГОСТ 11701-84 Металлы. Методы испытаний на растяжение тонких листов и лент (с Изменениями N 1, 2). М.: Издательство стандартов, 1993.
21. ГОСТ 2999-75 (СТ СЭВ 470-77) Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу (с Изменениями N 1, 2). М.: Издательство стандартов, 1987.
22. D.Yu. Akimov, et al., WIMP-nucleon cross-section results from the second science run of ZEPLIN-III, *Phys. Lett. B* 709 (2012) 14–20, doi:10.1016/j.physletb.2012.01.064.
23. C. Zhang, D.M. Mei, V.A. Kudryavtsev, S. Fiorucci, Cosmogenic activation of materials used in rare event search experiments, *Astropart. Phys.* 84 (2016) 62–69, doi:10.1016/j.astropartphys.2016.08.008.

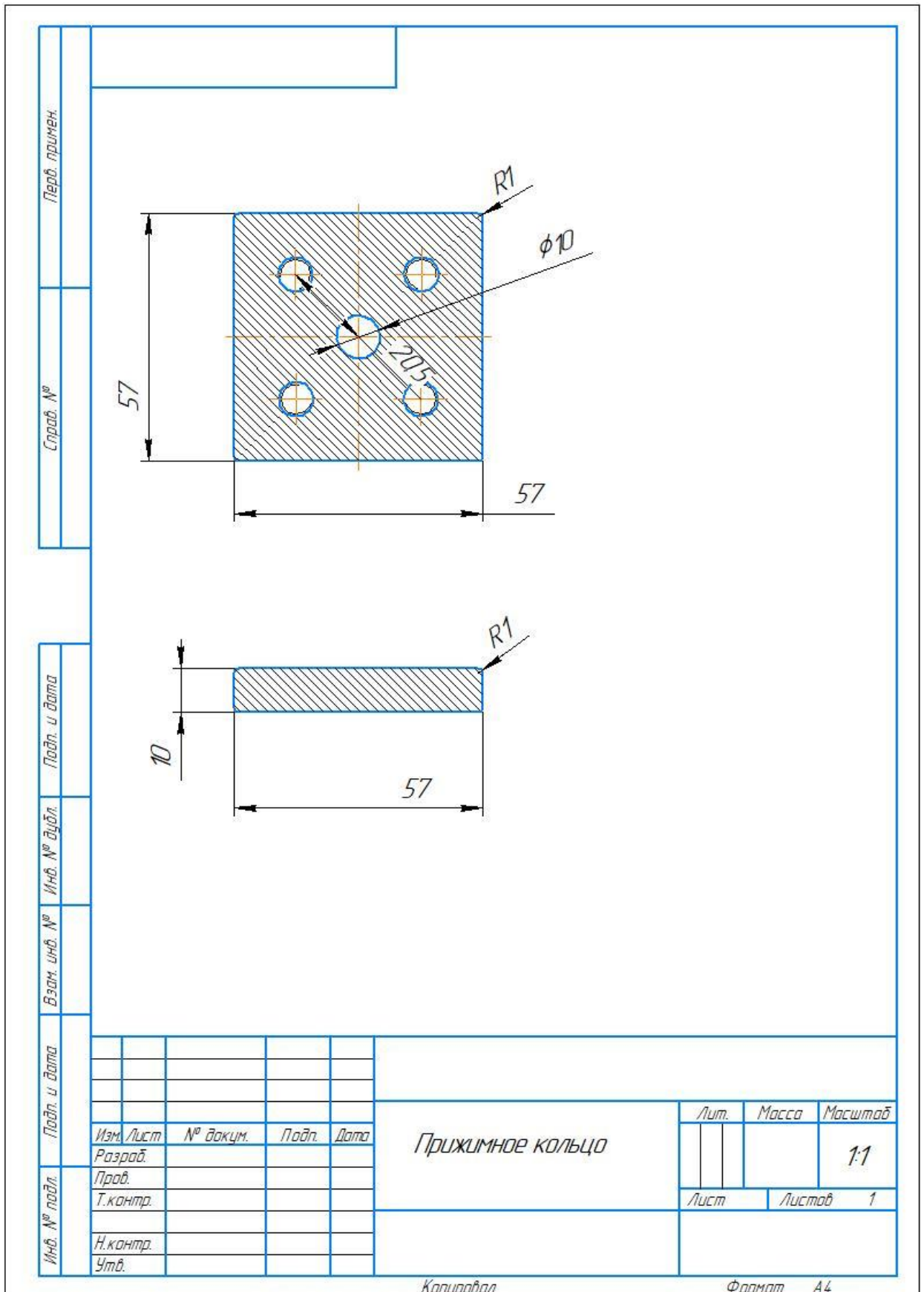
Чертеж штампа для испытания на глубокую вытяжку по Эриксену



Чертеж матрицы штампа



Чертеж прижимного кольца штампа



Чертеж пуансона

