

3. Угловой конус нулевых значений КТР слабо изменяется с температурой и находится в пределах от  $41$  до  $47^\circ$  к главной оси кристалла С.

### С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] Кортов С. В., Бармин С. М., Севастьянов А. А. и др. // ФНТ. 1985. Т. 11. № 9. С. 966—970.
- [2] Кортов С. В., Бармин С. М., Севастьянов А. А. и др. // ФТТ. 1986. Т. 28. № 3. С. 918—921.
- [3] Гельд П. В., Сидоренко Ф. А. Силициды переходных металлов 4-го периода. М., 1971. 582 с.
- [4] Toman K. // Acta Cryst. 1951. N 4. P. 462—464.
- [5] Новикова С. И. // Измерит. техн. 1984. № 10. С. 40—42.

Уральский политехнический институт  
им. С. М. Кирова  
Свердловск

Поступило в Редакцию  
4 ноября 1989 г.

УДК 548.4

© Физика твердого тела, том 32, № 5, 1990  
Solid State Physics, vol. 32, N 5, 1990

## ДИСЛОКАЦИОННО-ДИНАМИЧЕСКАЯ ЭКСТРАКЦИЯ ГЕЛИЯ ИЗ КРИСТАЛЛОВ LiF

Ю. А. Акулов, И. Н. Зимкин, О. В. Клявин, Б. А. Мамырин,  
Д. Л. Руттер, Л. В. Хабарин, Ю. М. Чернов, В. С. Юденич

Изучение явления дислокационно-динамической диффузии (ДДД), проведенное на металлах, а также на монокристаллах LiF, деформированных в жидком и газообразном  $^3\text{He}$  и  $^4\text{He}$  и в тяжелой воде [ $^{1-3}$ ], показало, что проникновение внешней среды в кристаллические материалы происходит в процессе их пластической деформации по зарождающимся и движущимся дислокациям. Этот атермический процесс формирует дислокационную структуру поверхностных слоев кристаллов и в значительной степени определяет их поверхностную прочность [4].

В [1] показано, что температура основного пика выделения гелия при динамическом отжиге кристаллов LiF, введенного методом ДДД, совпадает с температурой максимума скорости уменьшения плотности краевых дислокаций в этих кристаллах. Этот факт указывает на ускорение выделения гелия при выходе и аннигиляции краевых дислокаций из кристаллов в процессе их отжига.

В [5] исследовалось выделение водорода из образцов меди и алюминия при их деформировании растяжением. Водород в эти металлы специально не вводился, а попадал в них в процессе изготовления. При этом пики газовой выделения возникали во время достижения предела текучести. Однако причина их появления осталась невыясненной.

Цель настоящей работы заключалась в обнаружении и изучении процесса выделения гелия из кристаллов LiF, введенного методом ДДД, при повторном их нагружении в вакууме.

Исследовались отожженные кристаллы LiF ( $\text{Mg}^{2+} \sim 5 \cdot 10^{-4}$  вес. %), из которых выкалывались образцы ( $4 \times 4 \times 12$  мм). Они деформировались сжатием по одной системе плоскостей [6] для исключения возможности образования микротрещин, возникающих при множественном скольжении. Кристалл деформировался до конца площадки текучести ( $\varepsilon \approx 3$  %) со скоростью  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$  в атмосфере газообразного  $^3\text{He}$  при 300 К и давлении  $7 \cdot 10^4$  Па. Затем этот же образец помещался в вакуум и деформировался повторно ( $10^{-5}$  Па) с одновременным измерением количеств гелия, выделяющегося в процессе его нагружения. После повторного нагружения кри-

сталл помещался в вакуумированную печь для определения количества оставшегося гелия и получения спектра его выделения при динамическом отжиге. Измерения проводились на магнитном резонансном масс-спектрометре [7, 8], порог чувствительности которого составлял  $10^{-14}$  см<sup>3</sup>. Уровень фона вакуумной камеры при втором деформировании кристалла и в вакуумной печи при 1000 К соответствовал  $10^{-14}$  см<sup>3</sup>. Погрешность измерения была не выше 10 %. На рисунке изображена кривая 1 повторной деформации образца, предварительно деформированного в <sup>3</sup>He на 3 %, а также кривая 2 скорости выделения гелия из образца. Видно, что на фоне монотон-

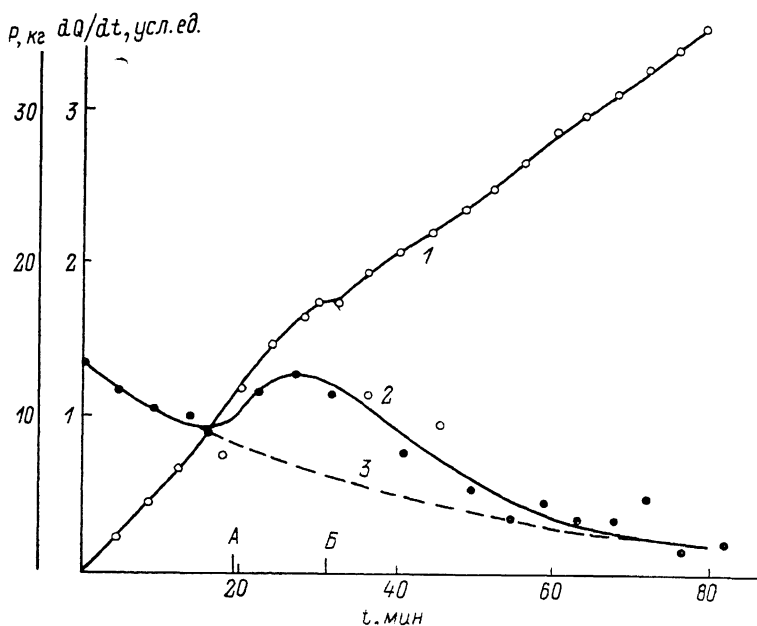


Диаграмма сжатия кристалла LiF в вакууме (1) и кривая выделения из него <sup>3</sup>He в процессе деформации (2) и термодесорбции при 300 К (3).

А — оптический предел упругости, Б — предел текучести.

ного уменьшения скорости выделения гелия, происходящего за счет его термодесорбции при комнатной температуре (кривая 3), вблизи и на площадке текучести имеется широкий максимум. В дальнейшем, вплоть до разрушения образца, гелий из него практически не выделялся. Начало экстракции гелия из кристаллической решетки приходится на область, соответствующую оптическому пределу упругости кристалла (напряжению зарождения полос скольжения).

Было обнаружено, что при повторном нагружении кристалла до начала его разрушения выделяется  $10^7$ — $10^8$  атомов гелия, что составляет несколько процентов от общего количества гелия, введенного в кристалл методом ДДД.

Спектр выделения гелия при динамическом отжиге кристаллов, деформированных в вакууме повторно, практически полностью совпадает со спектром его выделения из кристаллов, деформированных в жидком <sup>3</sup>He [2]. Это совпадение говорит о том, что оставшийся после повторного деформирования в кристалле гелий находится в дислокациях, в которые он попал в результате ДДД.

Была снята также кривая выделения гелия из недеформированного образца, находившегося в гелии столько же времени, сколько проходила деформация. Обнаружено, что количество гелия, проникшего в недеформированные образцы, по сравнению с деформированными кристаллами существенно меньше и процесс десорбции проходит за меньшее время, хотя скорость десорбции значительно выше.

Соответствие пика механической экстракции гелия пределу текучести может объясняться следующими причинами. Зависимость количества поглощенного кристаллом LiF гелия от степени его деформации имеет вид кривой с насыщением [9]. При этом основное количество гелия поглощается краевыми дислокациями на стадии гетерогенной деформации кристалла до уровня его предела текучести ( $\epsilon \approx 1\%$ ), выше которого содержание гелия в нем практически не меняется. Этот факт указывает на то, что гелий поглощается в основном «быстрыми» дислокациями, возникающими в процессе зарождения и увеличения числа полос скольжения. В этом случае скорости движения полос на 4—5 порядков выше скорости макродеформации образца в целом [9]. Выше площадки текучести полосы скольжения перекрываются и поэтому кристалл деформируется однородно, а скорости дислокаций уменьшаются [10], чем и объясняется слабое поглощение гелия кристаллом при  $\epsilon \geq 1\%$ .

При повторной деформации кристалла, содержащего гелий, в вакууме на диаграмме его сжатия также появляется площадка текучести (кривая 1). Разумно предположить, что в этом случае вновь зарождающиеся в полосах скольжения дислокации, не содержащие гелий, динамически взаимодействуют с неподвижной сеткой дислокаций, заполненных гелием, что приводит к его выделению вблизи площадки текучести кристалла. Однако «активный» объем взаимодействия указанных дислокаций невелик, так как доля подвижных дислокаций в краевых полосах скольжения в кристаллах LiF составляет не более 10—15% [6] (остальные дислокации образуют краевые диполи, которые неподвижны). Поэтому количество выделяющегося гелия при деформации кристаллов в вакууме относительно невелико. За площадкой текучести интенсивность выделения гелия уменьшается, поскольку дислокации двигаются с малыми скоростями. Не исключено также, что атомы гелия выносятся из кристалла вновь рождающимися дислокациями в результате взаимодействия с дислокациями, содержащими гелий.

Из полученных результатов следует, что наличие максимума выделения гелия из кристаллов LiF, связано с гетерогенностью их деформации вблизи предела текучести и совпадает с максимальной интенсивностью его поглощения при деформации этих кристаллов в жидком гелии в том же диапазоне напряжений. Таким образом, движение дислокаций не только обеспечивает массоперенос газа в кристаллы с помощью явления ДДД, но и может приводить к его экстракции тем же механизмом.

#### Список литературы

- [1] Клявин О. В., Мамырин Б. А., Хабарин Л. В., Чернов Ю. М., Юденич В. С. // ФТТ. 1976. Т. 18. № 5. С. 1281—1285.
- [2] Клявин О. В., Мамырин Б. А., Хабарин Л. В., Чернов Ю. М., Юденич В. С. // ФТТ. 1982. Т. 24. № 7. С. 2001—2005.
- [3] Г. И. Швец, О. В. Клявин, А. Г. Банщикова // ФТТ. 1985. Т. 27. № 9. С. 2618—2623.
- [4] Клявин О. В., Лиходедов Н. П., Регель В. Р., Чернов Ю. М. // Физика прочности композиционных материалов. Л., ФТИ АН СССР, 1979. С. 201—206.
- [5] Любарский И. М., Гуслинов А. А., Ашукин А. В., Кулеба В. И. Космические исследования на Украине. Киев: Наукова думка, 1973. В. 1. С. 44—47.
- [6] Смирнов Б. И. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Л.: Наука, 1981. С. 235.
- [7] Мамырин Б. А., Шустров Б. Н., Ануфриев Г. С. и др. // ЖТФ. 1972. Т. 42. № 12. С. 2577—2583.
- [8] Мамырин Б. А., Акулов Ю. А., Хабарин Л. В., Юденич В. С. // ПТЭ. 1982. № 2. С. 151—152.
- [9] Клявин О. В. Физика пластичности кристаллов при гелиевых температурах. М.: Наука, 1987. С. 194.
- [10] Hoover G, Hoover N. // J. Appl. Phys. 1979. V. 50. N 2. P. 829—834.

Поступило в Редакцию  
9 ноября 1989 г.

Физико-технический институт  
им. А. Ф. Иоффе АН СССР  
Ленинград