

IR. C. C. VEERMAN

PLASTICITEITS- EN VERMOEIINGSONDERZOEK  
BIJ METALEN MET BEHULP VAN  
EXO-ELEKTRONEN

U.D.C. 620.178 1/3; 691.7

*Het artikel geeft een korte verhandeling over de zgn. exo-elektronen. Een apparaat wordt beschreven dat met behulp van deze elektronen vermoeïngs-scheurtjes in een zeer vroeg stadium kan aantonen en hun verdere groei kan volgen. Als illustratie worden hiervan enkele profresultaten gegeven.*

## 0. INLEIDING

In 1924 werd gevonden dat pas vervaardigde Geiger-Müller telbuizen een zeer hoge nulwaarde hadden, die echter geleidelijk bleek terug te lopen naar de normale [1; 2]. Er vond dus straling plaats in de telbuizen zelf. Nu werd door KRAMER [3] tijdens en na een oppervlaktebewerking van metalen, zoals schuren, krassen en schaven, een elektronenemissie vastgesteld. Deze emissie werd met behulp van een open Geiger-Müller telbuis gemeten. De energie van de aan de oppervlakte uittredende elektronen bleek nl. zo gering dat zij niet door het venster, waarvan de normale telbuizen zijn voorzien, heen kunnen dringen. Het aantonen van deze emissie is dus met een door een venster afgesloten telbuis niet mogelijk. De hoge nulwaarde van pas vervaardigde telbuizen kan met de door KRAMER vastgestelde emissie verklaard worden. De kort tevoren bewerkte metalen kathode hiervan zal zelf elektronen emitteren en de hoge nulwaarde veroorzaken.

De elektronenemissie neemt met de tijd af tot de normale nulwaarde weer is bereikt. Omdat bij de waarnemingen door KRAMER van deze emissie geen stimulatie door licht of warmte nodig was, worden deze elektronen 'exo-elektronen' genoemd.

Bij recente onderzoeken op het gebied van de exo-elektronenemissie wordt steeds lichtbestraling als stimuleringsmiddel toegepast. Hierbij wordt ervoor gezorgd dat de golflengte van dat licht groter is dan de grensgolflengte van het te onderzoeken 'onbehandelde' metaaloppervlak. Dan treedt geen foto-emissie op. Ter verklaring kan het volgende dienen.

De golflengte van het voor de bestraling gebruikte licht is  $\lambda$ . Van een uitgezonden lichtquant (foton) is de energie

$$E_f = \frac{hc}{\lambda}$$

waarin voorts

$h$  = constante van Planck,

$c$  = voortplantingssnelheid van het licht.

Naarmate  $\lambda$  kleiner is, neemt  $E_f$ , de energie per lichtquant, dus toe. Bij overschrijding van een bepaalde golflengte zal de energie van de lichtquanten zó zijn opgevoerd, dat hierdoor aan de elektronen in het metaaloppervlak zoveel extra energie wordt toegevoegd dat hun snelheid loodrecht op het metaaloppervlak voldoende vergroot wordt om uit treden tot gevolg te hebben. Onder die omstandigheden is dus de zgn. grensgolflengte gepasseerd. Voor elk metaal geldt een bepaalde grensgolflengte, die voor de zgn. foto-emissie aansprakelijk is. Is de golflengte van het bestralende licht groter dan deze grensgolflengte, dan kunnen daardoor geen elektronen worden vrijgemaakt uit het oppervlak. Licht van kleiner golflengte dan de grensgolflengte kan dit wel. Zo is voor staal de grensgolflengte  $\sim 2600 \text{ \AA}$ , voor aluminium  $\sim 2900 \text{ \AA}$  ( $1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m}$ ).

Wordt een metaaloppervlak bewerkt of wordt het metaal plastisch gedeformeerd, dan blijkt onder bestraling met licht van een golflengte groter dan grensgolflengte *wel* elektronenemissie op te treden. De voorbehandeling van het oppervlak leidt er dus toe, dat de grensgolflengte, waarbij elektronenemissie plaatsheeft, als het ware naar het rood van het spectrum verschoven ligt. SCHARMANN en SEIBERT [4] konden aldus bij aluminium een verschuiving vaststellen van  $2900 \text{ \AA}$  (niet-gedeformeerd) naar  $6800 \text{ \AA}$  (gedeformeerd). Opgemerkt zij, dat deze verschuiving naar een langere golflengte met de tijd weer teniet gaat.

Door de oppervlaktebewerking of plastische deformatie wordt dus op de een of andere wijze energie ( $E_p$ ) aan het metaalelektron toegevoegd. Elektronenemissie zal nu optreden als voldaan wordt aan de ongelijkheid

$$E_f + E_p > \varphi,$$

als  $\varphi$  = de energie die moet worden toegevoegd om een elektron uit het metaal te doen treden. Men noemt  $\varphi$  wel de uittree-potentiaal. Elk metaal heeft een eigen waarde hiervoor.

Om de exo-elektronenemissie te stimuleren wordt het metaaloppervlak bestraald met licht waarvan de golflengte even groter is dan de grensgolflengte. Er treedt dan juist nog geen foto-emissie op. Wordt het metaal nu plastisch gedeformeerd dan ontstaat door het bestralingslicht een sterk gestimuleerde emissie. De in deze toestand aan het metaalelektron nog toe te voegen energie om het uit treden te bewerkstellingen behoeft nu nog maar zeer klein te zijn: deze kunstgreep maakt de methode van waarneming en registratie van het verschijnsel veel nauwkeuriger.

Opgemerkt zij, dat de stimulatie tot uittreding van exo-elektronen ook door verhitting mogelijk is, doch als methode is dit in het verband van het beoogde onderzoek minder aantrekkelijk.

Men zou op het gebied der exo-elektronenemissie de volgende onderverdeling in drie groepen kunnen aannemen:

- A. Emissie, optredend als gevolg van oppervlaktebewerking, zoals schuren, krassen, schaven, enz.;
- B. Emissie, optredend als gevolg van plastische deformatie;
- C. Emissie als gevolg van een behandeling van de oxydehuid.

(Een vierde mogelijkheid is nog emissie van elektronen uit ionenkristallen.)

Vanzelfsprekend zijn verschillende theorieën opgesteld die een verklaring geven voor de energie  $E_p$ , die aan het metaalelektron door de plastische deformatie wordt toegevoegd.

KRAMER [3] constateerde al dat gesmolten woods-metaal tijdens afkoeling een maximum in de elektronenemissie vertoont bij het passeren van het kristallisatiepunt, welke waarneming door diverse onderzoekers kon worden bevestigd. LOHFF en BATHOW [5; 6] herhaalden deze proeven in vacuüm van  $10^{-5} \dots 10^{-6}$  torr en zorgden ervoor dat het metaal vrij bleef van oppervlaktehuidjes. Bij het passeren van het kristallisatiepunt werd toen *geen* verhoogde emissie waargenomen; was de druk echter  $> 10^{-5}$  torr dan bleek *wel* een maximum in de emissiestroom op te treden. Dit verschil in gedrag zou dus kunnen berusten op de aanwezigheid van een oppervlaktehuidje en/of geadsorbeerd gas. Door HAXEL, HOUTERMANS en SEEGERS [7] was nl. al als hypothese naar voren gebracht, dat bij chemische adsorptie van zuurstof voldoende energie vrijkomt om de elektronenemissie te verklaren. Toch bleek deze hypothese van de chemische adsorptie alleen niet voldoende om een volledige verklaring te geven. RAMSEY en GARLICH [8; 9] nemen aan dat er tijdens de oxydatie van het door schuren enz. of in het algemeen door plastische deformatie nieuw gevormde oppervlak donorniveaus worden gevormd, waaruit de elektronen via de geleidingsband worden geëmitteerd. SCHARMANN en SEIBERT [4] veronderstellen dat het geadsorbeerde gas op het nieuw gevormde, niet geoxydeerde oppervlak een dipool laag vormt met de positieve lading naar buiten. De werking van deze laag wordt, naarmate andere lagen adsorberen, verzwakt. De emissie zal dus afnemen.

Bij deze verklaringen komt de invloed van de plastische deformatie op de uittree-potentiaal  $\varphi$  niet tot uiting. Uit proefresultaten van GRUNBERG en WRIGHT [10] en van MUELLER en PONTINEN [11] blijkt duidelijk dat wel emissie optreedt tijdens de oxydatie van plastisch gedeformeerde oppervlakken, maar niet tijdens oxydatie van niet-geoxydeerde uitgegloeide oppervlakken. Ook blijkt uit de proefresultaten van o.a. PARK en FARNSWORTH [12] verkregen uit het zgn. L.E.E.D. (Low Energy Electron Diffraction)-onderzoek aan schone uitgegloeide oppervlakken dat de uittree-potentiaal  $\varphi$  direct na adsorptie van zuurstof toeneemt. Uit deze onderzoekingen volgt verder dat zich niet direct op het

schone oppervlak het oxyde, met zijn halfgeleidereigenschappen vormt, maar eerst na de vorming van verschillende metallische structuren, met geleidereigenschappen. De aanname van RAMSEY en GARLICH, dat een donorniveau wordt gevormd kan dus niet juist zijn. Wel als het oxyde zich eenmaal na de structuren heeft gevormd. De geadsorbeerde gaslaag als dipool laag die SCHARMANN en SEIBERT aannemen blijkt ook niet houdbaar te zijn, daar PARK en FARNSWORTH juist een toename van de uittree-potentiaal waarnemen. Uit de waarnemingen van PARK en FARNSWORTH volgt verder dat de aanwezigheid van roosterfouten de vorming van de metallische structuren sterk beïnvloedt. GERMER en MACRAE [13] nemen dan ook aan dat de metaal-atomen, die de structuren vormen van dislocaties of van scherpe overgangen, aan het oppervlak komen.

Een verklaring voor de optredende exo-elektronenemissie zou dus kunnen zijn: het door schuren etc. of in het algemeen het door plastische deformatie nieuw gevormde oppervlak zal zeer rijk zijn aan roosterfouten. Veel metaal-atomen zullen zich op hoog-energetische niveaus bevinden. Tijdens de zuurstof-adsorptie zullen deze atomen naar een stabielere toestand diffunderen en met de zuurstofatomen de metallische structuren vormen. De energie die hierbij vrijkomt zal de uittree-potentiaal verlagen. Het maximum van de emissie, dus het minimum van de uittree-potentiaal, zou dan kunnen samenvallen met het moment dat zich juist nog geen oxyde heeft gevormd. Gaat het oxyde zich eenmaal op de structuren vormen, dan zal dit remmend op de emissie werken. Of anders gezegd: de uittree-potentiaal gaat weer toenemen. De oxydelaag is een halfgeleider en de geëmitteerde elektronen zijn te zwak energetisch om door deze laag te dringen.

In fig. 1a wordt het verloop van de uittree-potentiaal  $\varphi$  schetsmatig weergegeven. Kromme A stelt het verloop van  $\varphi$  voor bij blootstelling aan zuurstof van schoon door plastische deformatie verkregen oppervlak. Kromme B geeft het verloop weer van  $\varphi$  bij blootstelling aan zuurstof van schoon uitgegloeid niet gedeformeerd oppervlak. Het oppervlak tussen de twee krommen is dan de invloed van de plastische deformatie op de uittree-potentiaal. In fig. 1b wordt grafisch het verloop van de emissie voor het gedeformeerde oppervlak weergegeven. In beide figuren wordt voor  $t = 0$  het moment genomen dat zuur-

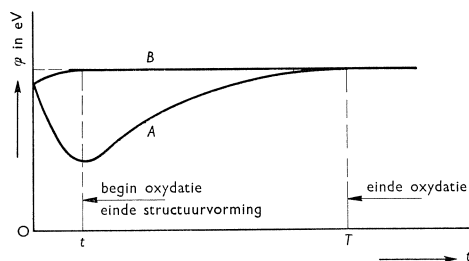


Fig. 1a. Het verloop van de uittree-potentiaal.

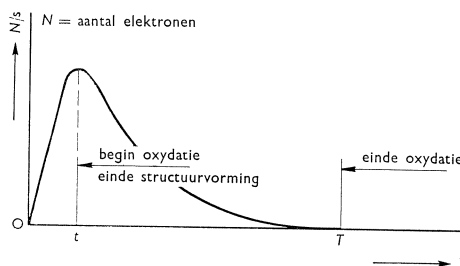


Fig. 1b. Het verloop van de emissie.

stof wordt toegelaten. De in de figuren aangegeven tijden  $t$  en  $T$  zijn afhankelijk van de zuurstofdruk.

Uit de literatuur en eigen waarnemingen blijkt, dat door plotselinge zuurstofdrukverhoging het maximum van de emissie, of het minimum van de uittreepotentiaal eerder wordt bereikt. De vorming van de metallische structuren gaat dan sneller. Bij een zuurstofdrukverhoging na het bereiken van het maximum neemt de emissie sterker af. De verhoogde zuurstofdruk zal de oxydevorming versnellen.

De hoofdstukken I en II omvatten een weergave van de oriënterende proefresultaten en de daartoe gebruikte apparatuur. De verkregen uitkomsten zijn als zodanig slechts van voorlopig, algemeen karakter. Vooral de registratietechniek is nog in ontwikkeling. Deze techniek is in dit onderzoek gericht op het vergroot afbeelden van het onderzochte oppervlak en de adequate vastlegging van de waar te nemen materiële verschijnselen daarbij met behulp van de emissie van exo-elektronen. Over deze aspecten en de verkregen resultaten van het onderzoek handelen de hoofdstukken III en IV.

Deze inleiding moge worden besloten met de opmerking, dat het verschijnsel der exo-elektronenemissie naar het zich laat aanzien een goed bruikbaar middel kan bieden om in diverse problemen van de (civiele) constructietechniek verder door te dringen. Dit geldt niet alleen voor wat betreft de daarbij gebruikelijke metalen, maar ook op het materiaal beton zou een en ander analoog kunnen worden toegepast, met name bij onderzoek op scheurvorming in platen, balken en kolommen.

## I. APPARATUUR ONTWIKKELD VOOR HET PLASTICITEITS- EN VERMOEIINGSONDERZOEK OP BASIS VAN EXO-ELEKTRONENEMISSIE

In het onderzoek neemt de *telbuis*, die in de inleiding reeds ter sprake kwam een zeer belangrijke plaats in bij het registreren van elektronen. De lading van elk van deze elementaire deeltjes is namelijk te klein om die zonder voorafgaande versterking te kunnen meten. Hiervoor nu is de telbuis het tot nu toe aangewezen apparaat. Fig. 2 toont het beginsel van een telbuis.

Een elektron zal, negatief geladen als het is, zich versneld bewegen naar de *anode* waarop een positieve hoogspanning staat. Heeft het elektron van zichzelf voldoende snelheid, dus bewegingsenergie, dan dringt het door het *venster* dat de telbuis afsluit, en komt in de zgn. *telruimte* welke gevuld is met het zgn. *telgas*. Op zijn verdere weg naar de in de telruimte uitstekende anode komt het binnengedrongen elektron in botsing met de atomen

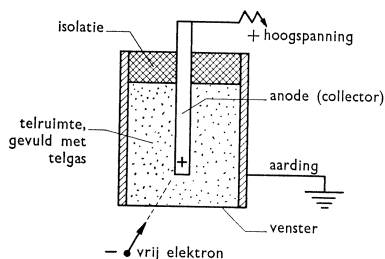


Fig. 2. Principe van een telbuis.

of moleculen van het telgas. Als de snelheid voldoende groot is zal het elektron bij zo'n botsing het atoom of molecuul kunnen ioniseren, d.i. elektronen er uit vrijmaken. Het oorspronkelijke en de vrijgemaakte elektronen zullen zich versneld naar de anode bewegen, om, bij voldoende snelheid weer andere atomen/moleculen bij botsing te ioniseren, enz. Het resultaat is, dat tengevolge van het ene oorspronkelijk binnengedrongen elektron een 'lawine' van elektronen op de anode aankomt. Dit heeft tot effect een kortstondige spanningsval van de hoogspanning op de anode, welk verschijnsel geregistreerd kan worden.

Nu zijn de exo-elektronen zeer zwak energetisch ( $\sim 1$  eV) en kunnen niet door een venster, hoe dun ook, dringen. KRAMER [3] loste dit probleem op door te werken met een telbuis zonder venster, en de atmosferische lucht die aldus in de telruimte aanwezig is, als telgas te gebruiken. Lucht is echter als telgas niet geschikt: het opneemapparaat bleek zeer onstabiel en kon slechts weinig elektronen per tijdseenheid opnemen.

Een andere oplossing stamt van BATHOW en GOBRECHT [14] resp. MORTOV en MINTS [15], die hun proeven uitvoerden in vacuüm en de elektronen door een elektrisch veld eerst zodanig versnelden dat zij door het venster van de (gesloten) telbuis konden dringen en in de telruimte hun lawine-effect konden veroorzaken. Het nadeel bij deze oplossing is nog steeds de aanwezigheid van het venster van de telbuis, daar vele van de primair extern versnelde exo-elektronen niet door het venster kunnen dringen en dus niet de telruimte bereiken. De gevoeligheid van de desbetreffende apparatuur was dan ook niet zo groot.

Ook andere onderzoekers werkten met een vacuüm [16; 17; 18], waarbij echter als versterker een open elektronenmultiplicator werd gebruikt. De versterking wordt hierbij verkregen door de secundaire emissie van de verschillende dynoden van de elektronenmultiplicator. Als voordeel van de uitvoering van dergelijke proeven in vacuüm is aan te merken, dat het nieuw gevormde metaaloppervlak niet direct bezet wordt met atomen of moleculen van het omringende telgas. Wel moet dan gewerkt worden met zeer hoge vacua, zeker  $\leq 10^{-8}$  torr, daar anders het betreffende oppervlak nog te snel zou worden bezet. Het bereiken en onderhouden van dergelijke extreme vacua is echter zeer moeilijk en zal hoogstens in geval van zuiver theoretisch onderzoek als element in de methodiek nog zijn te hanteren.

Staat echter bij het onderzoek van en met exo-elektronen de *toepassing* op het eerste plan, dan verdient het werken met een open telbuis de meeste aanbeveling. De constructie hiervan is eenvoudig, en gemakkelijk aan de behoeften aan te passen. Wordt nu de telruimte continu doorstroomd door een geschikt telgas, dan wordt de aanwezige lucht verdreven en het te onderzoeken object wordt gedekt door het telgas.

Een andere mogelijkheid is: de open telbuis, samen met het object geplaatst in een afgesloten ruimte, die met het telgas continu wordt doorstroomd. In dit geval is een nevenvoordeel gelegen in het feit, dat het telgas niet (zoals bij

de toepassing van de open telbuis in de vrije atmosfeer) door de lucht verontreinigd wordt: de metingen worden nauwkeuriger. Als nadeel geldt echter, dat slechts voor kleine objecten de oplossing met afgesloten ruimte bruikbaar is.

Met beide systemen zijn proeven uitgevoerd, en daar zij in beginsel veel op elkaar gelijken wordt hier alleen het apparaat beschreven dat volgens het tweede systeem werkt.

Fig. 3 geeft een schematische doorsnede van het opneemapparaat. Het bevat 2 telbuizen (A), symmetrisch ten opzichte van het te onderzoeken object, de

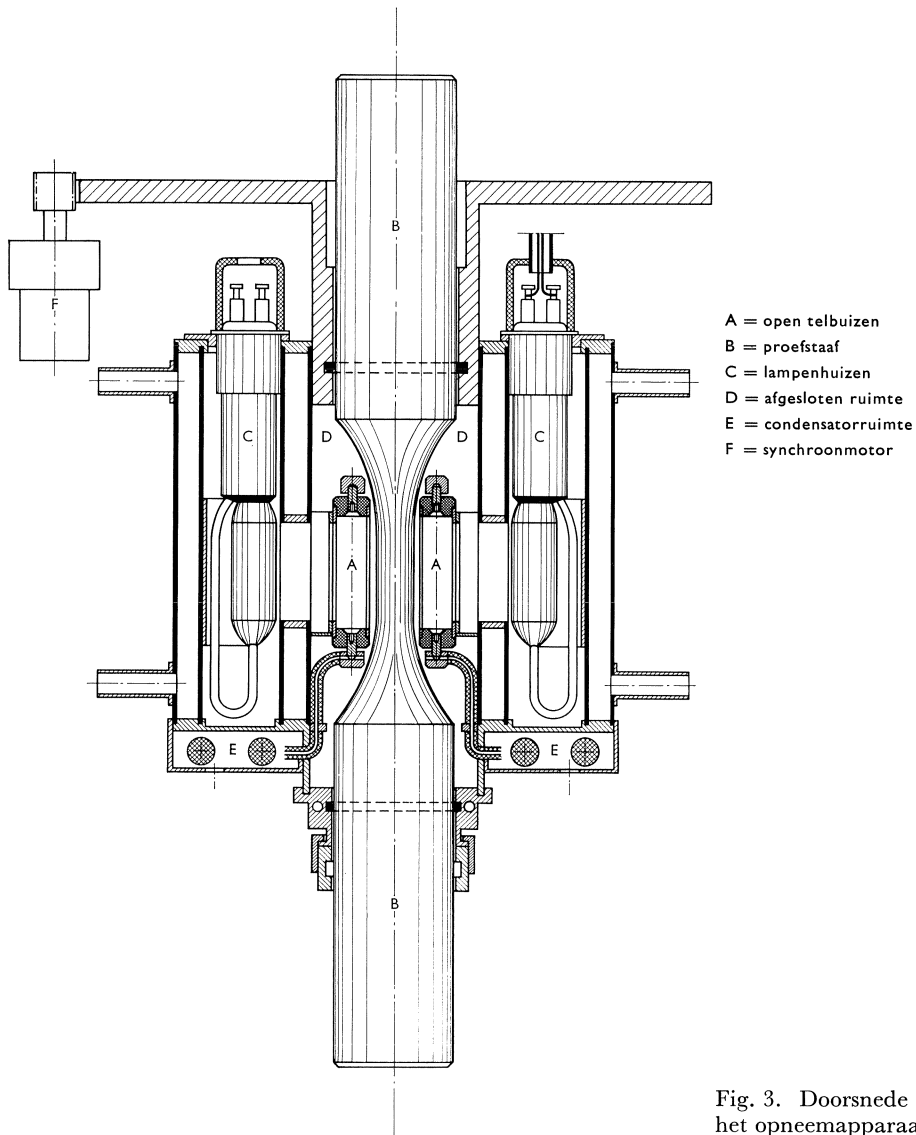


Fig. 3. Doorsnede van het opneemapparaat.

proefstaaf (B). Aan deze laatste is een zodanige vorm gegeven, dat de plasticiteits- en vermoeiingsverschijnselen zich ter hoogte van de 30 mm lange openingen van de telbuizen zullen voordoen.

Iedere telbuis is een roestvrij-stalen cilindrisch buisje, inwendige diameter 10 mm (fig. 4a en b). Roestvrij-staal is gekozen omdat de grensgolflengte hierbij kleiner is dan die van de te onderzoeken metalen (staal en aluminium). Zou het telbuis materiaal een metaal met grotere grensgolflengte zijn dan dat van de te onderzoeken metalen, dan zou van de wanden der telbuis foto-emissie optreden. Inwendig is de telbuiswand zorgvuldig afgewerkt en gepolijst: krassen of verontreinigingen zouden een stabiele meting onmogelijk maken. Als *anode* of collector fungeert een roestvrij-stalen draad  $\varnothing 50 \mu\text{m}$ , koud gerekt en gepolijst om een strak en glad oppervlak te krijgen. Deze draad moet zeer

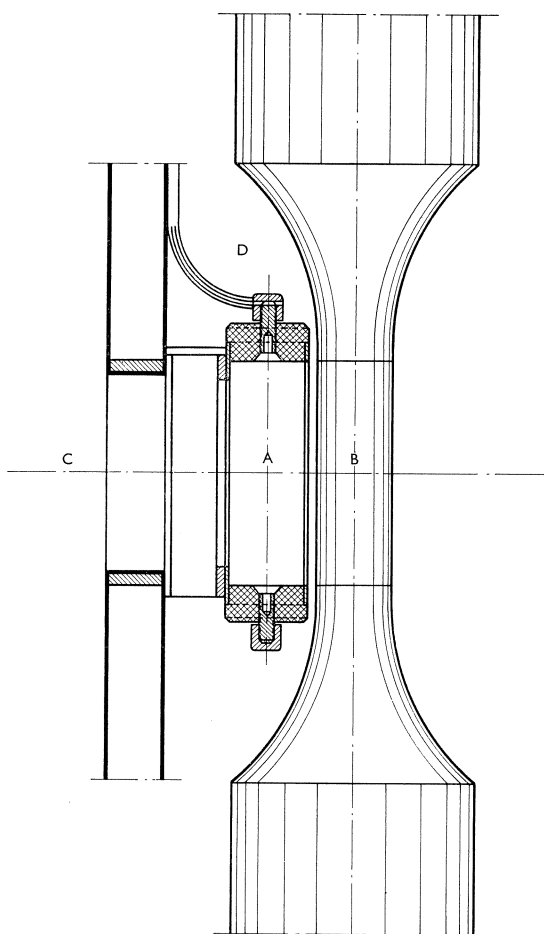


Fig. 4a. Doornede over de telbuis met proefstaaf.

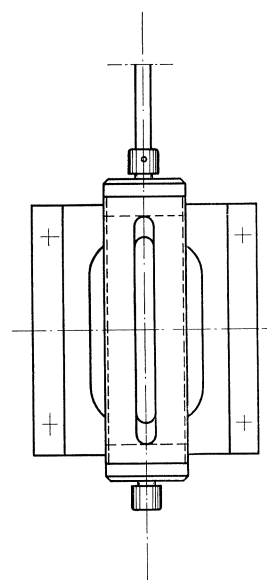


Fig. 4b. Telbuis in aanzicht.



zorgvuldig geïsoleerd zijn ten opzichte van de telbuis; als isolatiemateriaal werd teflon gebruikt.

Achter de telbuizen zijn de lampehuizen (C) gemonteerd, voor de superhogedruk kwiklampen resp. halogeenlampen. De eerstgenoemde soort diende bij het onderzoek van stalen proefstaven. Het spectrum van het licht dezer lampen reikt tot ver in het ultraviolet, voorbij de grensgolflengte van  $\sim 2600 \text{ \AA}$  voor staal. Voor het onderzoek van aluminium proefstaven kan met de genoemde halogeenlampjes worden volstaan. De grensgolflengte van aluminium is namelijk  $\sim 2900 \text{ \AA}$ . Daar de golflengte van de bestraling boven de grensgolflengte van het materiaal der te onderzoeken proefstaaf moet liggen, dienen tussen de lampehuizen en de telbuizen lichtfilters te worden aangebracht ter afsnijding van het gedeelte van het spectrum van het licht van de lichtbron dat foto-emissie zou veroorzaken. Met filters kan echter nooit volkomen onderdrukking of absorptie worden verkregen, zodat steeds ook een geringe foto-emissie als begeleidend effect zal optreden. Dit effect, het zgn. nuleffect, is niet hinderlijk.

Het gefilterde licht treft nu via de telbuizen het metaaloppervlak (fig. 4). De lampaansluitingen moeten zeer zorgvuldig worden uitgevoerd, daar een geringe weerstandsverandering grote helderheidsfluctuaties veroorzaakt, welke zeer hinderlijk zijn: het nuleffect is dan namelijk niet constant.

De afgesloten ruimte (D) (fig. 3) waarin zich de open telbuizen bevinden, wordt continu doorstroomd met het telgas, waarvoor technisch zuiver methaan ( $\text{CH}_4$ ) werd gekozen, als zijnde zeer geschikt voor elektronenmetingen. De gasstroom werd gehouden op 10 l/h. Tijdens de proeven is gebleken dat hoge eisen aan de afdichting van de afgesloten ruimte moesten worden gesteld. Was hieraan niet voldoende zorg besteed dan bleek het nuleffect sterk te verlopen.

Fig. 5 geeft het blokschema weer van de gehele meetopstelling. De pulshoogte uit de telbuis wordt door de voorversterker  $10 \times$  versterkt. Deze voorversterker moet zo dicht mogelijk bij de telbuizen zijn aangebracht, om de elektrische capaciteit van telbuis + bedrading naar de ingang van de voorversterker namelijk zo laag mogelijk te houden.

De capaciteit van de condensator in de ruimte E, zie fig. 3, ter grootte van 500 pF wordt bepaald door de ingangsimpedantie van de voorversterker. Bij de bepaling van de anodeweerstand is een compromis gezocht tussen de pulshoogte en de pulsduur; in ons geval bleek 50 k $\Omega$  als anodeweerstand de beste waarde.

Veel zorg is besteed aan de aarding van de apparatuur. Om inwerking van eventuele elektrische velden te voorkomen moet alles op één punt geaard zijn. Op de punten a, b en c (fig. 5) kan een oscilloscoop worden aangesloten om de pulsform te controleren tijdens de metingen. Wat betreft de dode tijd van de gehele apparatuur (d.w.z. de tijd ná een puls dat geen volgende puls geregistreerd kan worden), deze wordt niet bepaald door de telbuis, maar door de overige apparatuur en is gebleken  $< 2 \mu\text{s}$  te bedragen.

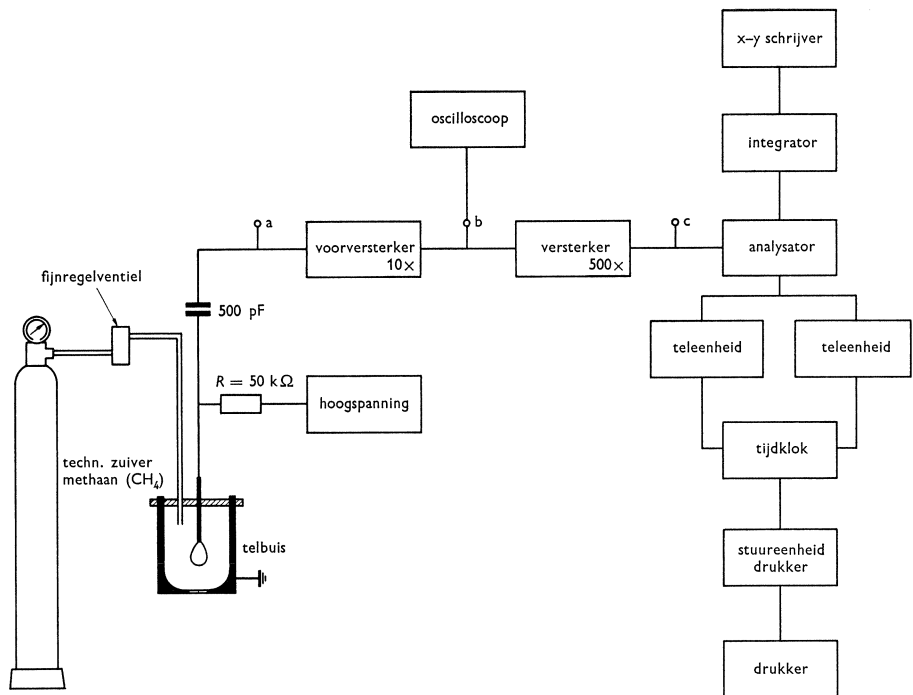


Fig. 5. Blokschema van de meetopstelling.

De telbuizen worden regelmatig geijkt. Hiertoe wordt een  $C^{14}$ -isotoop gebruikt als bron van elektronenstraling. Het  $C^{14}$ -preparaat wordt voor de telbuisopening gebracht en de hoogspanning op de anode langzaam opgevoerd totdat de eerste pulsen geregistreerd worden. Dan wordt de hoogspanning stapsgewijs verder verhoogd, terwijl bij elke stap een serie elektronentellingen per tijdseenheid  $N(t)$  worden verricht. Per stap wordt hiervan het gemiddelde genomen. Daar het  $C^{14}$ -preparaat een praktisch constant aantal elektronen per tijdseenheid emitteert zal er bij een goede telbuis een traject van hoogspanning op de anode aanwezig blijken, waarbij de telbuis inderdaad een constante hoeveelheid registreert. Na overschrijden van een bepaalde hoogspanning op de anode neemt het aantal pulsen verder weer toe, o.a. als gevolg van naontladingen. De gemiddelde tellingen worden grafisch uitgezet tegen de hoogspanning. Het horizontale gedeelte dat in deze grafiek optreedt wordt 'plateau' genoemd. Een goede telbuis zal een lang en horizontaal plateau tot kenmerk hebben. In fig. 6a wordt de uitkomst der plateau-meting weergegeven van de bij dit onderzoek gebruikte telbuis, waaruit blijkt dat deze laatste aan de desbetreffende eisen ruimschoots voldoet.

Eenzelfde plateau-meting is verricht bij plastisch gedeformeerd staal (zie fig. 6b). Daar plastisch gedeformeerd staal geen constant aantal elektronen per tijds-

eenheid uitzendt moest hier benaderend worden te werk gegaan. Uit de beide emissie/hoogspanningstrajectlijnen van fig. 6a en 6b valt op te merken dat de exo-elektronen van het staal energetisch zwakker zijn dan de elektronen van het  $C^{14}$ -preparaat. Verder volgt uit deze meting dat de hoogspanning op de anode voldoende afgeschermd is, daar anders geen 'plateau' te meten zou zijn geweest.

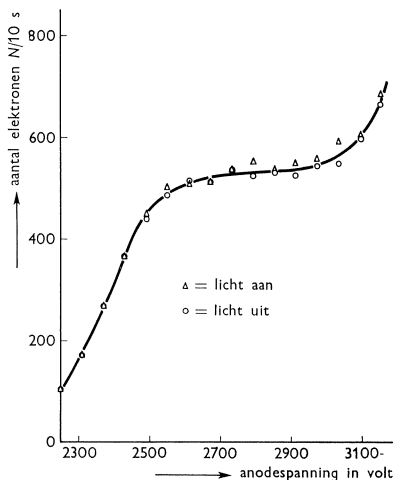


Fig. 6a. Vorm van het plateau van de  $C^{14}$ -emissie.

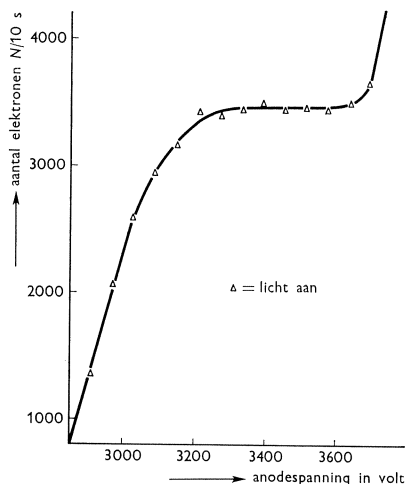


Fig. 6b. Vorm van het plateau van gekrast staal.

Nadat de proefstaaf in het opneemapparaat was gebracht werd de ruimte waarin de telbuizen zijn eerst goed met het telgas doorgespoeld. Als controle werd gedurende deze eerste fase het nuleffect gemeten. Met de beproeving kon worden begonnen toen het nuleffect constant was geworden.

## II. UITKOMSTEN, VERKREGEN MET DE IN HOOFDSTUK I BESCHREVEN APPARATUUR

De plasticiteits-emissieproeven zijn uitgevoerd op een 20 t Losenhausen trekbank; de vermoeingsproeven zijn uitgevoerd op een Amsler hoogfrequentpulsator, 10 HFP 422.

De diverse aldus uitgevoerde proeven vallen in twee groepen uiteen:

- A. De telbuizen staan stil ten opzichte van het metaaloppervlak. Aan de proefstaaf is dan zo'n vorm gegeven dat de plasticiteits- of vermoeingsverschijnselen zich onder de telbuisopeningen voordoen. De optredende elektronen-emissie wordt dan als functie van het verloop en de duur der beproeving geregistreerd.

B. De apparatuur wordt om een verticale as gedraaid. Deze as valt samen met de lengte-as van de proefstaaf. Door het apparaat continu met een constante hoeksnelheid over  $180^\circ$  te roteren wordt het gehele staafoppervlak in die tijd door de beide telbuizen samen afgetast. De synchroonmotor (F) in fig. 3, die voor de aandrijving zorgt, is zo geschakeld dat hij elke 20 s van draairichting verandert.

### Plasticiteitsonderzoek ad A

De proeven zijn voornamelijk verricht om de gevoeligheid van de meetmethode te onderzoeken. De eenvoudigste proef is die van het registreren der elektronen-emissie, optredend tijdens en na het door een kras(je) deformeren van het oppervlak. De hierbij veroorzaakte plastische vervorming is plaatselijk zeer groot, hoe licht de kras ook is. Ter illustratie diene fig. 7, die grafisch het emissieverloop weergeeft dat optrad na een lichte kras in het oppervlak van een zacht stalen proefstukje.

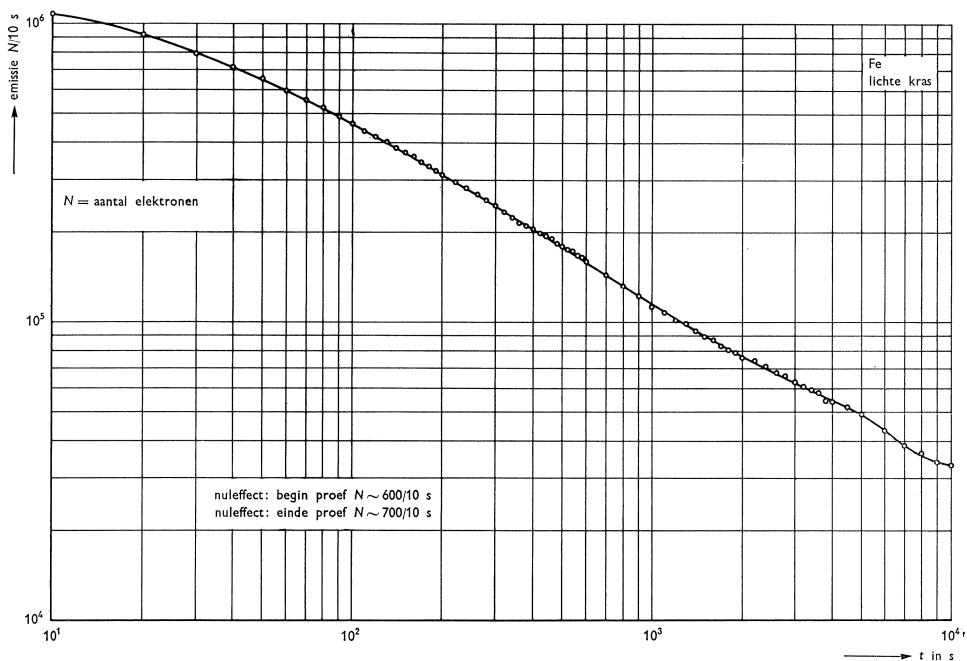


Fig. 7. Emissieverloop van licht gekrast zacht staal.

Het juist gekraste proefstukje werd zo snel mogelijk onder een telbuis gebracht. De intensiteitsafnamecurve kan volgens PIMBLEY en FRANCIS [19] als de som van twee exponentiële functies worden beschreven:

$$I = A e^{-k_1 t} + B e^{-k_2 t}$$

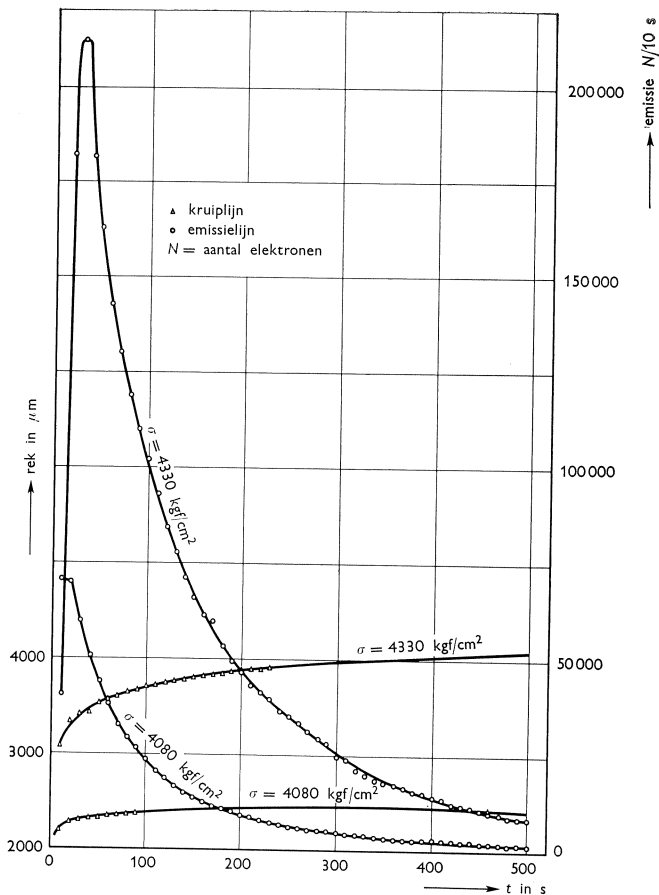


Fig. 8. De emissie, optredend tijdens korte kruipproeven op staal (Fe 37).

Hierin zijn  $A$  en  $B$  constanten, die temperatuurgevoelig zijn, terwijl  $k_1$  en  $k_2$  afhangen van andere factoren. De beginintensiteit (per 10 s) van de emissie was  $1,11 \cdot 10^6$  elektronen, welke na 3 h was afgenomen tot  $3,28 \cdot 10^4$  elektronen/10 s.

Bij de verderop te bespreken emissieproeven, opgenomen bij vermoeiing, zal een juistere interpretatie mogelijk zijn op grond van hetgeen op te merken is aan de vorm der emissiekromme.

Ook werd het emissieverloop opgenomen gedurende korte kruipproeven. De proefstaven van zacht constructiestaal (Fe 37, vloeigrens  $25\text{ kgf/mm}^2$ , breuksterkte  $45\text{ kgf/mm}^2$ ) hadden een meetlengte van 30 mm bij een diameter van 10 mm. De telbuisopening (er werd met 1 telbuis gewerkt) bevond zich op enkele mm afstand van het staafoppervlak. De belasting werd zo snel mogelijk aangebracht en vervolgens constant gehouden. Elke 10 s werd de verlenging gemeten, tegelijkertijd met de daarbij behorende emissie. De krommen die door deze werkwijze werden verkregen, zijn in de fig. 8 en 9 weergegeven. Op de

linkerordinaatas is de rek uitgezet, terwijl de rechterordinaatas het aantal elektronen/10 s aangeeft. Uit de grafiek blijkt dat na het aanbrenge van de belasting de emissie sterk toeneemt, een maximum bereikt en daarna weer afneemt. Ook VON VOSS en BROTZEN [20] vinden het bedoelde maximum bij hun proeven op aluminium.

CLAYTOR en BROTZEN [21] stellen een model op om deze emissie te verklaren. Een afdoende verklaring zal alleen mogelijk zijn als deze proeven in ultrahog vacuüm worden herhaald. Uit fig. 9 is te zien dat na het maximum het emissieverloop een minimum passeert, om vervolgens weer toe te nemen.

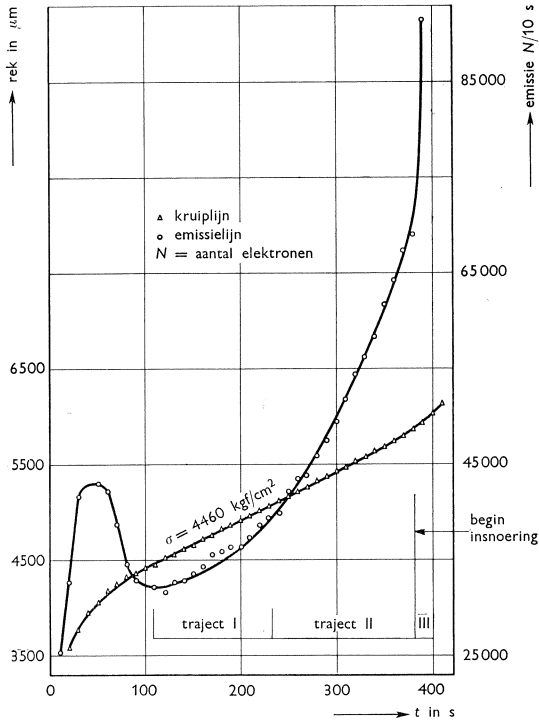


Fig. 9. De emissie, optredend tijdens een korte kruipproef op staal (Fe 37).

In de grafiek zijn drie rekverlooptrajecten aangegeven:

traject I: de gemeten toeneming van de rek per tijdseenheid is  $50 \mu\text{m}/10 \text{ s}$ ;

traject II: de gemeten toeneming van de rek verloopt langzaam versneld van  $50 \mu\text{m}/10 \text{ s}$  naar  $60 \mu\text{m}/10 \text{ s}$ ;

traject III: de rek per tijdseenheid neemt zeer versneld toe tot breuk optreedt.

Deze drie rektrajecten zijn nog sprekender in het emissieverloop terug te vinden. Ook bleken fluctuaties in de emissie parallel te lopen met de fluctuatie in de toeneming van de rek per tijdseenheid. Trad er tijdelijk een grotere rektoeneming op (niet zichtbaar in de grafiek) dan nam tegelijkertijd de emissie toe. Het merkwaardige bij deze meting is dat na 100 s al voorspeld kon worden of de staaf zou breken.

## Vermoeingsonderzoek ad A

Onderzoek van deze aard werd verricht op aluminium, kwaliteit 51 ST. Aan de staaf was een zodanige vorm gegeven, dat de vermoeingsverschijnselen zich onder de telbuisopening zouden voordoen.

Bij dit onderzoek bleek al spoedig dat het gedeelte waarbinnen zich de scheur kon manifesteren veel te groot was aangenomen. Het microscopisch opzoeken van een scheurtje, al was de ligging in verticale zin bekend, bleek zeer tijdrovend. Gepoogd is het gebied waar de scheur zou moeten ontstaan kleiner te doen uitvallen, door aan de proefstaaf plaatselijk een kleinere doorsnede te geven. Merkwaardig genoeg bleek nu de gevoeligheid van de meting door deze ingreep sterk terug te lopen. Dit was, naar later bleek, het gevolg van het feit dat er een afstandsvergroting was ontstaan tussen het metaaloppervlak ter plaatse van de kleinere doorsnede en de telbuisopening.

Het oppervlak der vermoeingsproefstaven werd steeds zorgvuldig gepolijst en daarna licht geëtst. De fig. 10 en 11 geven de proefopstelling weer: de eerstgenoemde als overzichtsfoto, met op de voorgrond de proefstaaf en het opneemapparaat, op de achtergrond de registratie-apparatuur, waarvan fig. 5 het blokschema gaf, terwijl de tweede meer in detail de proefstaaf en het opneemapparaat toont.

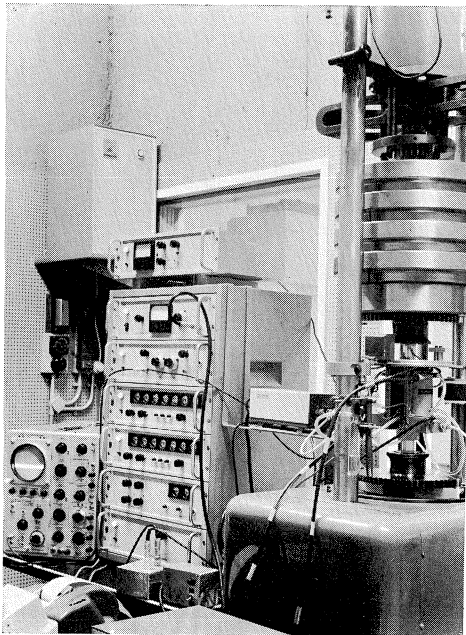


Fig. 10. Overzicht van de proefopstelling.

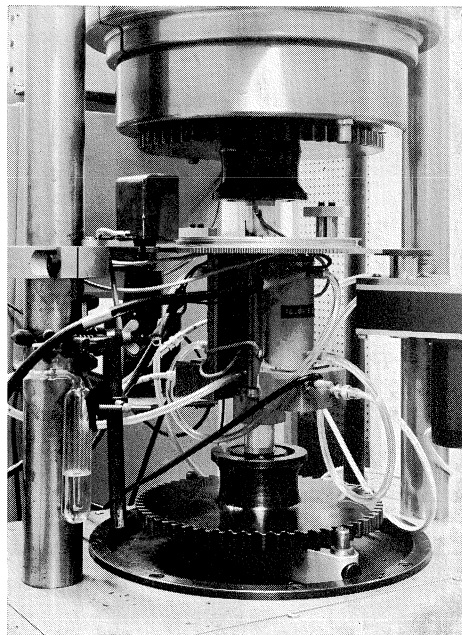


Fig. 11. Detail proefstaaf met opneemapparaat.

Bij de vermoeiingsproeven trad steeds enige tijd na de aanvang van een proef een duidelijke vermeerdering van de elektronenemissie op. Werd de proef onderbroken en de staaf microscopisch onderzocht, dan bleek zich inderdaad een klein scheurtje ter plaatse van de verhoogde emissie te hebben gevormd. Het is zelfs aannemelijk te achten – al is een vaststelling ten deze zeer moeilijk uitvoerbaar – dat er vóór het ontstaan van een scheurtje reeds een verhoogde emissie zal optreden.

In fig. 12 wordt de emissie als functie van het aantal wisselingen weergegeven. De proef is ontijdig gestaakt omdat de proefstaaf brak op een plaats buiten het meetgebied, buiten het bereik derhalve van de telbuisopeningen. Uit de grafiek is duidelijk te zien dat de intensiteit vaak sprongsgewijs toeneemt, wat een niet continue scheurgroei doet vermoeden.

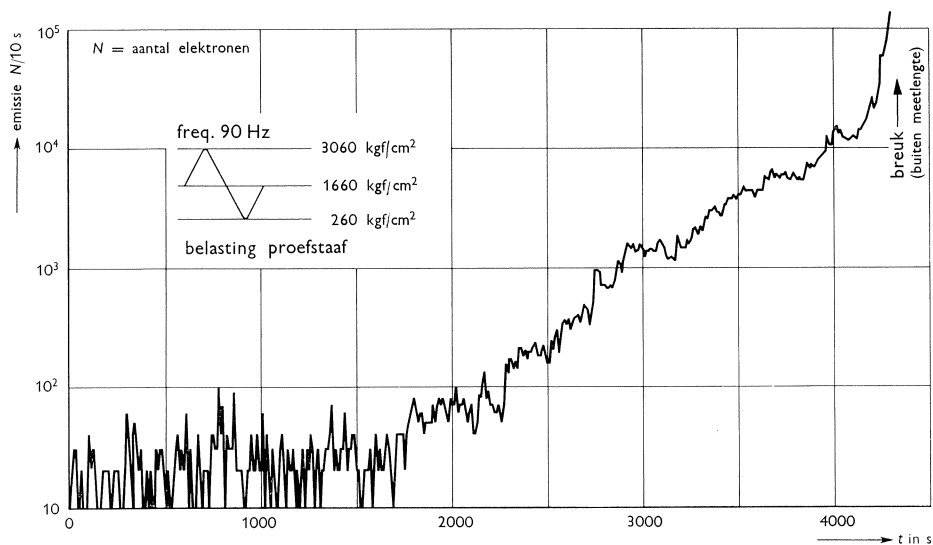


Fig. 12. Emissieverloop bij wisselbelasting

In fig. 13 wordt grafisch een gedeelte weergegeven van de emissie als functie van het aantal belastingswisselingen. De sprongsgewijze toeneming van de emissie-intensiteit is nu opvallend. Duidelijk zijn 3 soorten trajecten in de grafiek te onderscheiden:

- traject I: de emissie neemt langzaam toe; aangenomen mag worden dat de (vermoeiings)scheur langzaam groeit;
- traject II: de emissie neemt plotseling toe: de scheur groeit snel gedurende deze korte tijd;
- traject III: de emissie neemt schoksgewijs af; naar analogie met de afneming van de emissie veroorzaakt door een kras (fig. 7) kan worden aangenomen dat de scheurgroei gedurende deze periode geheel of nagenoeg geheel tot stilstand is gekomen.



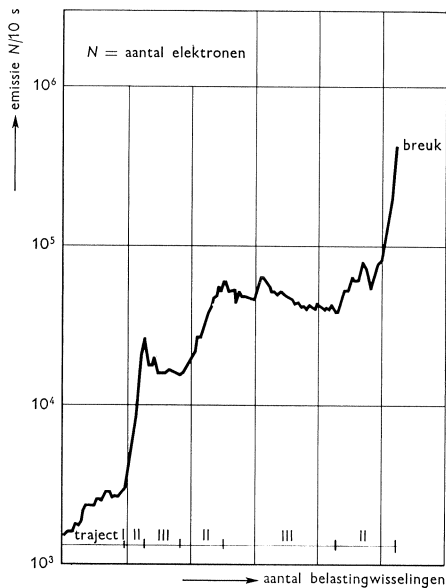


Fig. 13. Emissie als functie van het aantal belastingswisselingen.

Met de gevolgde en hierbij in het kort weergegeven wijze van waarneming en registratie kan een indruk worden verkregen van de verschillende groeistadia van een vermoeiingsscheur tijdens de vermoeiingsproef. Wel moet er nog op worden gewezen, dat zich óm de scheur plastische gebiedjes vormen, die ook tot de emissie bijdragen. Een juiste scheiding van deze twee 'bronnen' is met de beschreven registratie-apparaat niet te realiseren.

### Vermoeiingsonderzoek ad B

De apparatuur wordt nu om een verticale as gedraaid. Deze roterende beweging stelt in staat het emissieverloop over het gehele onderzochte metaaloppervlak op te nemen. De plaats van de scheur, de scheurgroei en de lengte zijn nu direct vast te stellen.

Fig. 14 geeft een waarneming in grafische vorm geïnterpreteerd. Verticaal wordt de intensiteit opgetekend, horizontaal verloopt de rotatie. Registratie geschiedde wederom automatisch gedurende de proef via een *X-Y*-schrijver. Alleen zijn hier voor de meerdere duidelijkheid slechts enkele van de *vele* krommen, in volgorde van de registratie genummerd, weergegeven. De vermoeiingsproef waarvan fig. 14 de grafische voorstelling geeft is gestaakt om de scheurgrootte microscopisch vast te stellen. Aldus zijn vermoeiingsscheurtjes in een zeer vroeg stadium te detecteren.

Fig. 15 geeft het emissieverloop weer tot breuk van een staaf. Ook hier zijn maar enkele van de talrijke registratiekrommen, genummerd naar hun volgorde, weergegeven. Het eerst werd een scheurtje door de telbuizen bij een rotatiehoek van ca.  $110^\circ$  vastgesteld. Uit het daarna geregistreerde emissieverloop van het oppervlak bleek de groei van dit scheurtje vrij langzaam te geschieden. De intensiteit van de emissie vertoonde toeneming van kromme 1 (via 2 en 3) tot de dik in de grafiek getekende kromme 4. Toen werd een tweede gebied van verhoogde intensiteit geregistreerd (zie bij 5 links in de

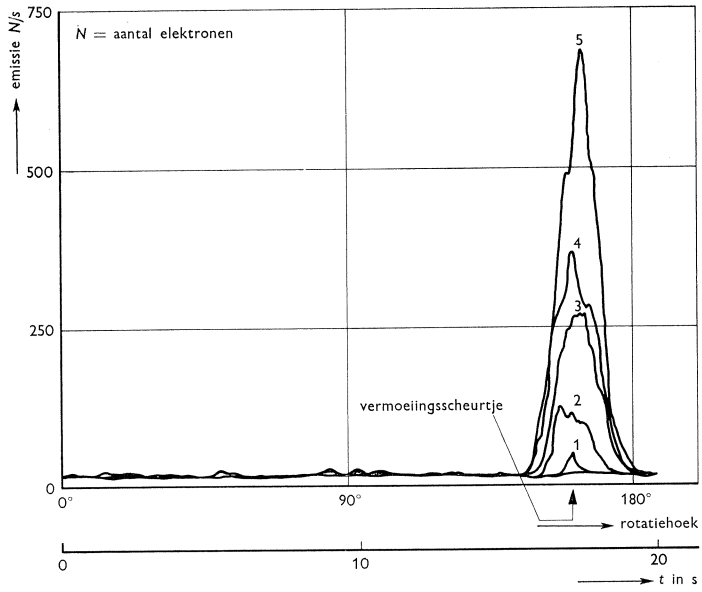


Fig. 14. Opeenvolgende registratiekrommen van het emissieverloop van een zich ontwikkelend scheurtje.

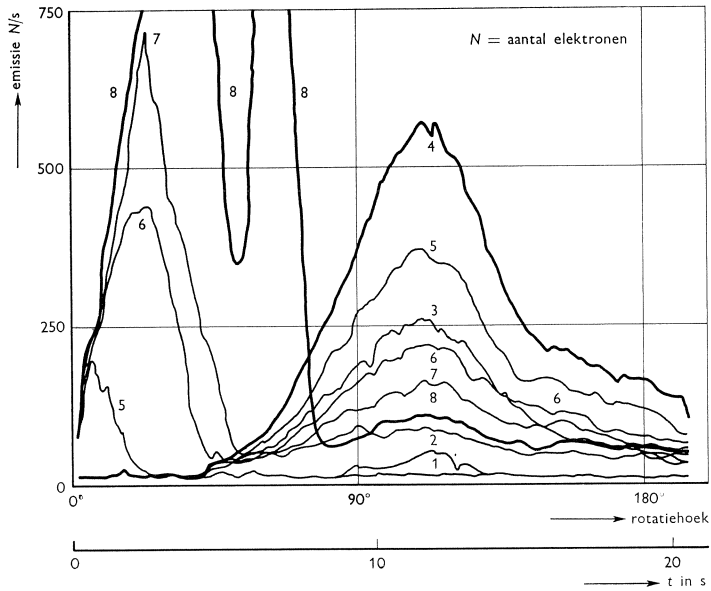


Fig. 15. Registratieverloop van verschillende zich na elkaar ontwikkelende scheurtjes.

grafiek): er kondigde zich een tweede scheurtje aan, dat, gezien de snelle toename van de intensiteit der emissie en de uitbreiding over het oppervlak zeer snel groeide (6, 7). De intensiteit van het eerst ontstane scheurtje nam af (5, 6, 7 rechts), een indicatie van het tot stilstand komen van de groei ervan. De dik aangegeven kromme 8 geeft nu het verloop van de emissie over het oppervlak weer op het moment van breuk ingevolge de tweede scheur. (De emissie ten gevolge van de eerste scheur was toen vrijwel tot haar nulwaarde afgenomen.)

Vergelijking van de hier beschreven vermoeiingsresultaten met uit de literatuur bekende is niet mogelijk. HEMPEL, KOCHENDORFER en TIETZE [18], de enigen die vermoeiingsonderzoek op aluminium en staal met behulp van de exo-elektronen verricht hebben, komen tot zeer negatieve resultaten, wat mijns inziens te wijten is aan twee oorzaken. Voor de stimulatie door licht gebruikten zij gloeilampen. Het meest kortgolvlige licht van deze lampen ligt ver van de grensgolflengte van staal. Hierdoor konden zij bij plastische deformatie en bij vermoeiing van staal geen elektronenemissie vaststellen. De emissie, die optrad bij vermoeiingsproeven van aluminium werd door HEMPEL (en medewerkers) gecorreleerd met de belasting. Deze correlatie bestaat niet, de emissie is immers een verschijnsel dat optreedt bij plastische deformatie en scheurvorming.

*(Wordt vervolgd)*

#### Literatuur

1. KUTZNER, W., Z. Phys. 23 (1924) 117.
2. LEWIS, W. B. en W. E. BURCHAM, Proc. Camb. Phil. Soc. 32 (1936) 503.
3. KRAMER, J., „Der Metallische Zustand”, Vandenhoeck und Ruprecht, Göttingen (1950).
4. SCHARMANN, A. en G. SEIBERT, Z. Phys., 183 (1965) 249.
5. LOHFF, J., Z. Metallk., 47 (1956) 644.
6. BATHOW, G., Act. Phys. Austr., 10 (1957) 399.
7. HAXEL, O., F. G. HOUTERMANS en K. SEEGER, Z. Phys. 130 (1951) 109.
8. RAMSEY, J. A. en G. F. J. GARLICH, Brit. J. Appl. Phys. 15 (1964) 1353.
9. RAMSEY, J. A., J. Austr. Inst. Met. 10 (1965) 323.
10. GRUNBERG, L. en K. H. R. WRIGHT, Act. Phys. Austr. 10 (1957) 375.
11. MUELLER, R. K. en K. PONTINEN, J. Appl. Phys. 35 (1964) 1500.
12. PARK, R. L. en H. E. FARNSWORTH, J. Appl. Phys. 35 (1964) 2220.
13. GERMER, L. H. en A. U. MACRAE, J. Appl. Phys. 33 (1962) 2923.
14. BATHOW, G. en H. GOBRECHT, Z. Phys. 146 (1956) 1.
15. MORTOV, V. S. en R. I. MINTS, Phys. Met. Metallog. 19 (1965) 72.
16. LOHFF, J. en H. RAETHER, Z. Phys. 142 (1955) 310.
17. LOHFF, J., Z. Phys. 145 (1956) 504.
18. HEMPEL, M., A. KOCHENDORFER en A. TIETZE, Arch. Eisenh. 35 (1964) 465.
19. PIMBLEY, W. T. en E. E. FRANCIS, J. Appl. Phys. 32 (1961) 1729.
20. VON VOSS, W. D. en F. R. BROTZEN, J. Appl. Phys. 30 (1959) 1639.
21. CLAYTOR, R. N. en F. R. BROTZEN, J. Appl. Phys. 36 (1965) 3549.