

IR. C. C. VEERMAN

PLASTICITEITS- EN VERMOEIINGSONDERZOEK BIJ METALEN MET BEHULP VAN EXO-ELEKTRONEN (vervolg en slot) *

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

III. AFBEELDING VAN METAALOPPERVLAKKEN LANGS ELEKTRO-OPTISCHE WEG

0 Inleiding

Op grond van de met het opneemapparaat behaalde resultaten [22], moest het mogelijk zijn niet alleen waarnemingen te doen van 'meer' of 'minder' elektronen afkomstig van een weinig verfijnd gelokaliseerd proefstukoppervlak, maar dit emitterende oppervlak met een daartoe te ontwerpen apparaat elektro-optisch af te beelden.

Nu zijn al eerder apparaten ontwikkeld die het oppervlak van metalen door hieruit geëmitteerde elektronen zichtbaar maken. HUGUENIN [23] ontwikkelde een foto-elektronenemissiemicroscop en bereikte daarmee een vergroting van $200\times$. KOCH [24] komt met een verbeterd apparaat tot een maximale vergroting van $700\times$, met een oplossend vermogen van 1000 \AA ($1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m}$).

Een andere methode om het oppervlak zichtbaar te maken met geëmitteerde elektronen is door zeer hoge elektrische veldsterkten aan te leggen tussen preparaat en een oplichtend scherm: CREIGHTON en HOENIG [25, 26] kunnen met behulp van dit principe in een door hen ontwikkelde veldemissiemicroscop scheurtjes detecteren vanaf $6 \mu\text{m}$. De eerste, die bewust gebruik maakte van de exo-elektronen voor het afbeelden van oppervlakken was KRAMER [27, 28]. Zijn toepassing was echter niet metaalkundig en had niets met plastische deformatie uitstaande. Het apparaat was zeer gebrekkig en beeldde het emitterende oppervlak op ware grootte af. Toch is hij de eerste die dit bereikte door het oppervlak lijn voor lijn af te tasten en langs elektro-optische weg af te beelden.

*) Het eerste gedeelte is verschenen in HERON 15 (1967), no. 2.

Een andere interessante methode om gedeformeerde metaaloppervlakken af te beelden is door gebruik te maken van een tijdens en na de deformatie optredende H_2O_2 -gasontwikkeling, het zgn. Russell-effect. [29] Dit doet zich jammer genoeg alleen voor bij enkele metalen, o.a. zink en aluminium. CHURCHILL [30] heeft dit Russell-effect uitvoerig bestudeerd, terwijl BECKER en WOLFF [31] duidelijk aantonen dat de na ontwikkeling optredende zwarting van fotoplaten, die op plastisch gedeformeerde aluminiumoppervlakken zijn gelegd niet veroorzaakt wordt door de emitterende exo-elektronen zoals PEPPERHOFF [32], GOBRECHT en BARSCH [33] abusievelijk aannamen, maar door de H_2O_2 -gasontwikkeling. HOLSHOUSER en BENNET [34] stelden bij vermoeiingsproeven op aluminium ook een gasontwikkeling vast. MELEKKA en BARR [35] beelden met behulp van deze gasontwikkeling de glijlijntjes af, ontstaan bij plastische deformatie van aluminium, terwijl GROSSKREUTZ [36] tot mooie afbeeldingen van vermoeiingsscheurtjes komt.

De nadelen van deze afbeeldingsmethode zijn: dat zij slechts toepasbaar is op enkele metalen zoals zink en aluminium, en dat de 'belichtingstijd' (de tijd dat de emulsielaag in contact dient te blijven met het metaaloppervlak) vele uren bedraagt.

Met het in hoofdstuk I beschreven apparaat kon geen onderscheid worden gemaakt tussen de verschillende 'bronnen', nl. de scheur of zijn omgeving. De waarneming van de emissie was slechts een totaalbeeld van meer of minder elektronen, zonder dat hierbij informatie was te verkrijgen over de juiste plaats en mate van uittreden zelf. Het proefoppervlak kwam in stilstaande c.q. roterende proefopstelling steeds nagenoeg overeen met de grootte van de intreeopening van de telbuis. Van een oplossend vermogen met betrekking tot de detaillering der klein veronderstelde emissiegebiedjes kon aldus – in tegenstelling tot het detectievermogen – nog geen sprake zijn.

1 Aftastapparatuur

Een principieel mogelijke lokalisering zou te verkrijgen zijn door een aftastapparatuur te ontwikkelen, waarvan in het hier volgende een nadere uiteenzetting wordt gegeven. Nog in gang zijnde verbeteringen en verfijningen zullen hierbij buiten beschouwing blijven.

Bij deze aftastapparatuur is het primaire doel de noodzakelijke lichtstimulatie toe te doen komen aan een zo klein mogelijk, puntvormig oppervlaktegedeelte van het object. Vindt hier plastische deformatie plaats, dan zal er lokaal, onder de puntvormige lichtstimulatie, exo-elektronenemissie optreden. Het oplossend vermogen wordt dus bepaald door de grootte van die lichtvlek. Om zo'n lichtpuntje op het metaaloppervlak te werpen is tussen de lichtbron en het object een optisch systeem ingeschakeld, dat een zo klein mogelijke lichtvlek van zo hoog mogelijke verlichtingssterkte (E) op het te onderzoeken metaaloppervlakje afbeeldt. De eisen waaraan het optische systeem moet voldoen zijn:

1. een zo groot mogelijke helderheid (B) van de primaire lichtbron;
2. voldoende hoog gehalte aan U.V.-straling in de lichtbron;
3. zo klein mogelijke uitgebreidheid van het lichtgevende oppervlak van de lichtbron;
4. het objectief dat de lichtbron verkleind op het metaaloppervlak afbeeldt moet een grote relatieve opening hebben;

5. het objectief moet U.V.-licht doorlaten;
6. de verkleining door het objectief moet zo sterk mogelijk zijn;
7. er moet minstens 10 mm vrije werkafstand blijven tussen objectief en metaaloppervlak, nodig voor de plaatsing van een beweegbaar spiegelkje en een telbuisje.

Als schema wordt in figuur 16 het op deze gronden ontworpen optische bestralingssysteem weergegeven.

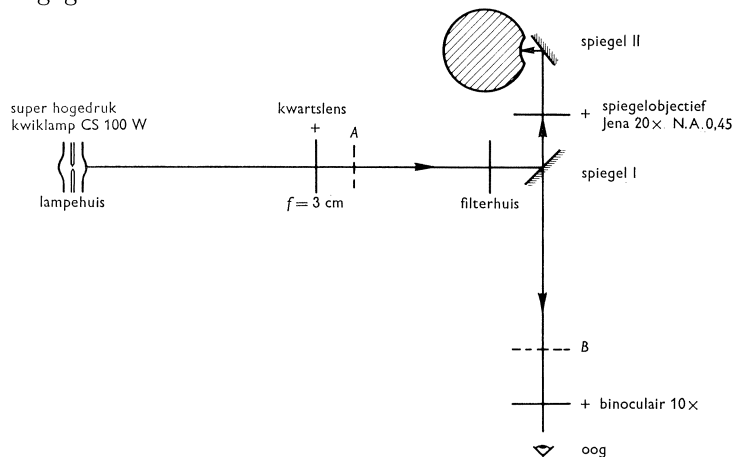


Fig. 16. Schema optische opstelling.

Aan de eerste drie der voornoemde eisen wordt voldaan door gebruik te maken van de superhogedruk kwiklamp CS 100W (Philips of Osram), met in brandende toestand een elektrodenafstand van ca. 0,2 mm. De helderheid (B) bedraagt 10^5 stilb. De vlamboog tussen de elektroden wordt door de kwartslens, brandpuntsafstand 3 cm, $10\times$ verkleind afgebeeld in A (zie fig. 16). De spiegel I (80% reflecterend, 20% doorlatend) staat onder 45° met de optische as van de genoemde kwartslens. Vóór spiegel I is in de stralengang een inrichting aanwezig om naar behoefte lichtfilters aan te brengen (ter absorptie van te kortgolvlige straling).

De door spiegel I over 90° geknikte stralenbundel valt door een spiegelobjectief, Jena $20\times$, N.A. 0,45, met een vrije werkafstand van ca. 11 mm. Het objectief beeldt de afbeelding van de vlamboog in A via de 45° -spiegels I en II $20\times$ verkleind af op het oppervlak van de proefstaaf. Deze afbeelding is dan ca. $1\ \mu\text{m}$ groot. Daar in de vlamboog een beperkt gebiedje optreedt (ca. $1/4$ van de lengte) dat de grootste helderheid bezit zal het effectieve gedeelte van de afbeelding kleiner zijn dan $1\ \mu\text{m}$. De verlichtingssterkte E van de vlamboogafbeelding op de proefstaaf is (bij benadering) recht evenredig met het product van de helderheid van de vlamboog zelf en de numerieke apertuur (N.A.) van het spiegelobjectief.

De afbeelding van de vlamboog op de proefstaaf zal door het gereflecteerde licht via spiegel II door het spiegelobjectief $20\times$ vergroot afgebeeld worden in A, maar ook in B, zie fig. 16. Spiegel I is nl. voor 80% reflecterend. De

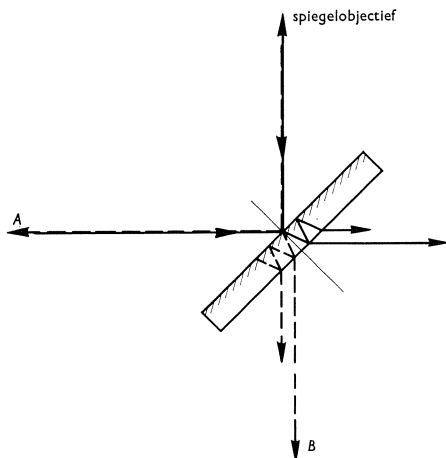


Fig. 17. Stralengang spiegel I.

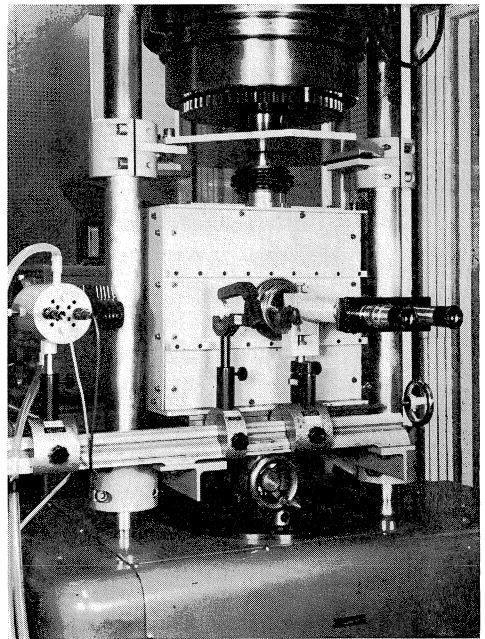


Fig. 18. Optische opstelling.

stralengang van het gereflecteerde licht wordt in fig. 17 gestippeld weergegeven. De afbeelding in B wordt verder door het binoculair $10\times$ vergroot. Deze oplossing maakt het mogelijk de ca. $1\ \mu\text{m}$ grote afbeelding van de vlamboog $200\times$ vergroot visueel waar te nemen. Voor het zuiver instelbaar maken van dit lichtpunt op het metaaloppervlak is de gehele optische opstelling op een *X-Y*-tafel met een verticale instelling gemonteerd.

Fig. 18 geeft een beeld van de opstelling (volgens fig. 16) zoals deze is gerealiseerd.

2 Aftasting en registratie

Met de *X-Y*-tafel en de verticale verstelling ervan kan zodoende elk punt van een te onderzoeken (beperkt) metaaloppervlak met het lichtpunt worden beschenen. Het aftasten van bedoeld oppervlak zal moeten bestaan uit het regelmatig verplaatsen van dit lichtpunt, b.v. over de gehele breedte, de lijnaftasting, en dit telkens iets lager te herhalen, de rasteraftasting.

Door nu het te onderzoeken proefstaafoppervlak van een zuiver bolvormige verdieping te voorzien (bolstraal = 3 mm) en de verticale draaiingsas van spiegel II met het middelpunt van dit bolvlak te doen samenvallen, is de (enige) mogelijkheid verkregen om het lichtpunt met onveranderlijke scherpte binnen de grenzen van dit bolvormige kommetje op de staaf te doen vallen (zie fig. 19). Het aftasten van een rechthoekig gebiedje binnen deze bolvormige verdieping wordt dan bewerkstelligd door een mechanisch te verzorgen

hoekverdraaiing van spiegel II om de X-as, de rasteraftasting, terwijl de hoekverdraaiing om de Z-as, de lijnaftasting, elektromagnetisch wordt verwezenlijkt. Fig. 20 geeft het blok-schema van de apparatuur weer voor deze automatische aftasting van het oppervlakje van de proefstaaf, en registratie van de elektronen-emissie, terwijl fig. 21 het aandrijvingsmechanisme van spiegel II en de proefstaaf toont.

Op de instrumentatie, ontwikkeld om deze volledige aftastprocedure continu te doen verlopen, zal in het kader van deze beschrijving niet verder worden ingegaan.

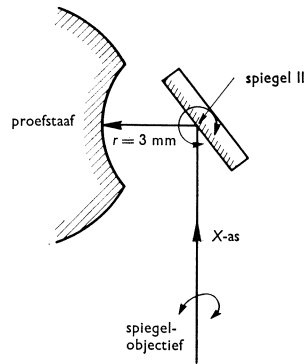


Fig. 19. Rotatie spiegel II.

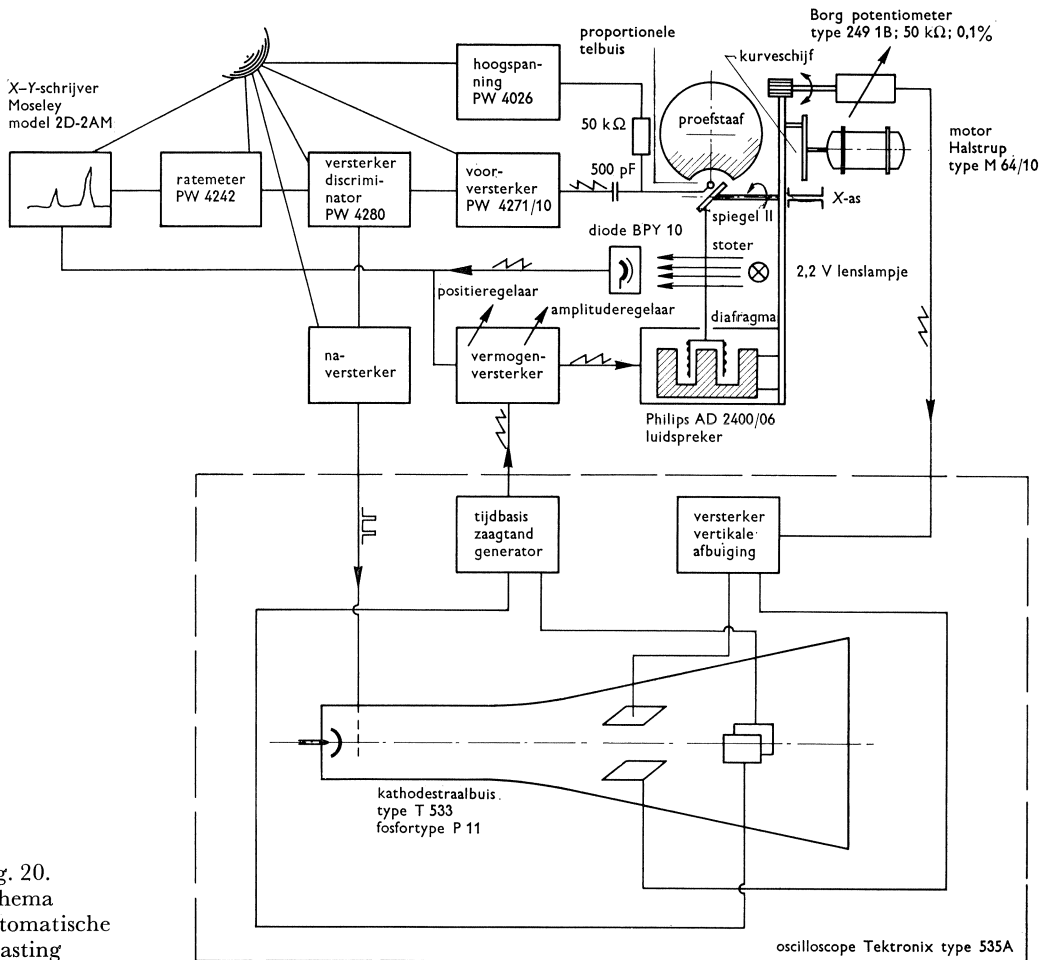


Fig. 20. Schema automatische aftasting

Als resultaat zij slechts vermeld, dat het aldus mogelijk is gebleken oppervlakjes van ca. 60 bij 100 μm af te tasten en het elektronen-emissieverschijnsel af te beelden op het scherm van een kathodestraalbuis in een rechthoek ter grootte van 60 bij 100 mm. Dan zou van een vergroting $V=1000\times$ gesproken kunnen worden. Deze waarde van V is geenszins bijzonder te noemen in vergelijking tot de lichtmicroscopie, waarbij lineaire vergrotingen van $1500\times$ bereikbaar zijn. De met behulp van deze aftastapparatuur verkregen afbeeldingen kunnen echter als zodanig niet met de via lichtmicroscopie te verkrijgen voorstellingen worden vergeleken. Het menselijk oog is alleen gevoelig voor *licht*. Met het hier beschreven apparaat zijn die gebieden voor het oog zichtbaar gemaakt, die *elektronen* emitteren. Met de lichtmicroscopie is dat uitgesloten.

De elektronen die ter plaatse van het lichtpunt uit het metaaloppervlak treden, worden door een open, proportionele telbuis geregistreerd (opgevangen). Als telgas dient ook hier technisch zuiver methaan. Via een serie versterkers (zie fig. 20) worden de pulsjes overgebracht op het rooster van de kathodestraalbuis. Elk pulsje geeft een puntvormige oplichting op het scherm; de minimum diameter van zo'n *spot* is ca. $\frac{1}{3}$ mm. Het scherm omvat een rechthoek van 60 bij 100 mm. Tijdens het lijn voor lijn met spiegel II aftasten van het proefstukoppervlakje met de afbeelding van de vlamboog, zal de ligging van de spots op het scherm van de kathodestraalbuis zich eveneens verplaatsen, conform de ligging van de afbeelding van de vlamboog op het onderzochte metaaloppervlakje. Op het scherm van de kathodestraalbuis oplichtende spots worden door een aangekoppelde camera (Rolleicord) op de gevoelige laag fotografisch vastgelegd, en leveren dus (expositieduur = één volledig aftastingsverloop) na ontwikkeling het zwartingsbeeld van de topografie der elektronen-emissie over het waargenomen oppervlakje. Vervolgens gemaakte afdrucken van dit negatief geven beter de indruk weer van het oplichten (in wit), veroorzaakt daar waar exo-elektronen zijn uitgetreden.

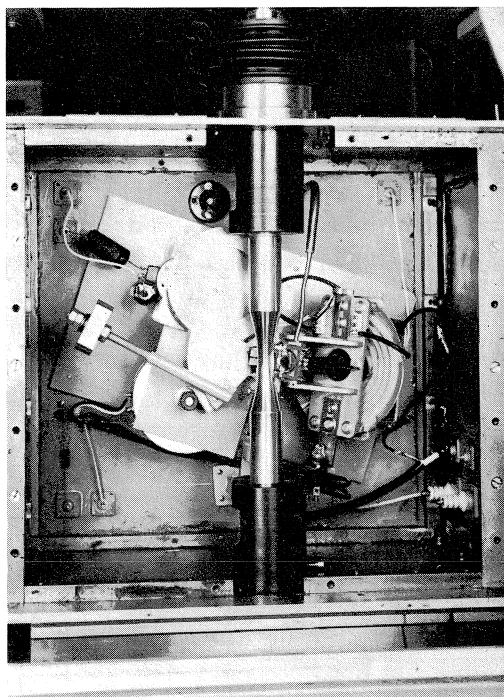


Fig. 21. Aftastmechanisme met proefstaaf.

3 Theoretische achtergronden van de verkregen beeldvorming

Stel dat het beeld opgebouwd is uit N spots, overeenkomende met het aantal geregistreerde elektronen. Van deze spots zullen er diverse op dezelfde plek op het scherm terechtkomen. De kwaliteit van de afbeelding op het scherm en op de foto kan nu beschreven worden door de volgende eigenschappen:

1. de fijnheid van compositie, bepaald door het aantal afzonderlijk waar te nemen spots;
2. het scheidend vermogen, waaruit het contrast en de aftastsnelheid volgen.

Ad 1. *Fijnheid van compositie*

De spots op het scherm zijn cirkelvormige beeldjes met diameter D ; de eindige afmetingen hiervan stellen een grens aan de te bereiken fijnheid van compositie. Het maximum aantal afzonderlijk waar te nemen spots op een scherm van afmetingen H bij L zou te bereiken zijn in een configuratie zoals fig. 22 aangeeft. Het aantal lijnen N_L over de hoogte moet voldoende groot zijn om deze configuratie mogelijk te maken, anders wordt de grens van de te bereiken fijnheid in ongunstige zin verschoven.

Het minimum aantal lijnen N_L over de hoogte (H) wordt dan:

$$N_L \geq \frac{H}{D} \cdot \frac{2}{\sqrt{3}}$$

Voor $D = 1/3$ mm en $H = 60$ mm is:

$$N_L \geq \frac{60}{1/3} \cdot \frac{2}{\sqrt{3}} \approx 200$$

Zijn voor het beschrijven van één horizontale lijn nodig t_L seconden, dan is de tijd T voor het gehele beeld:

$$T = t_L \cdot N_L \text{ (seconden)}$$

Ad 2. *Het scheidend vermogen*¹⁾

Dit wordt gedefinieerd als het vermogen om twee kleine emitterende plastische gebiedjes die dicht bij elkaar liggen van elkaar te onderscheiden. Het af te tasten metaaloppervlak (afmetingen h bij l mm) zij verdeeld in twee soorten even grote gebiedjes, b.v. rechthoekjes (M) en (P). De gebiedjes (M) zijn minder plastisch vervormd dan de gebiedjes (P), zie fig. 23.

Het gemiddelde aantal elektronen dat tijdens één lijnaftasting uit een gebiedje (M) of (P) gedurende t_g seconden geëmitteerd en op het scherm afgebeeld wordt is:

$$\mu_m = N_m \cdot G, \quad \text{resp.} \quad \mu_p = N_p \cdot G$$

¹⁾ Deze paragraaf kwam tot stand in samenwerking met ir. H. W. Loof en R. Soerjadi.

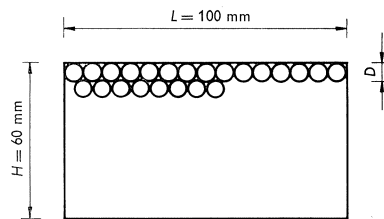


Fig. 22. Schematische voorstelling van de beeldvorming op het scherm van de oscilloscope.

G is het gehele aantal malen, dat de lengte van de lijnaftasting over het beschouwde gebiedje gedeeld kan worden door de diameter d van de cirkelvormig gedachte afbeelding van de vlamboog op het metaaloppervlak. De rangschikking van deze cirkelvormige afbeeldingen is weer gedacht zoals fig. 22 aangeeft. De beschouwde lijnaftasting wordt dan afgebeeld door G cirkelvormige gebiedjes, $\varnothing D$ mm, op het scherm. De spots, d.w.z. de gebiedjes die bij registratie van een elektron kortstondig oplichten, worden geacht precies in zo'n afbeeldingsgebiedje te vallen. Het gemiddelde aantal malen dat zo'n spot op het scherm in één der gebiedjes oplicht is de gemiddelde bezettingsgraad, N_m voor gebiedje (M), N_p voor gebiedje (P). De verwachtingswaarden voor de twee soorten gebiedjes zijn dan μ_m en μ_p .

Nu wordt aan de bezettingsgraad N een bovengrens N_{\max} door het scherm en de gebruikte fotoplaat gesteld. Bij overschrijden van N_{\max} kan de helderheid van de afbeelding niet meer toenemen. Het aantal geregistreerde elektronen kan diensgevolge kleiner zijn dan het geëmitteerde aantal.

Voorts behoeft het aantal elektronen (n) dat tijdens een lijnaftasting uit een gebiedje (M) of (P) gedurende t_g seconden wordt geëmitteerd op grond van toevallige fluctuaties niet gelijk te zijn aan de verwachtingswaarde μ_m of μ_p . Er mag voor de beschouwde elektronenemissie een Poisson-verdeling worden aangenomen. De beslissing of men te maken heeft met een gebiedje (M) of met een gebiedje (P) is op grond van de mogelijke fluctuaties niet met zekerheid te nemen. Op later uiteen te zetten wijze zal het aantal foutieve beslissingen op een aanvaardbaar laag niveau worden gehouden. De wijze van beslissen is geïdealiseerd voor te stellen als het vastleggen van een getal k_0 zodanig dat het beschouwde gebiedje tot (M) mag worden gerekend als:

$$n \leq k_0$$

en tot (P) als:

$$n \geq k_0 + 1$$

waarbij $k_0 = N_0 G$ en $N_0 = \frac{1}{2} N_{\max}$.

We beschouwen nu eerst het geval: $G = 1$, dus $k_0 = N_0$.

De kans op emissie van k elektronen bij een verwachtingswaarde μ is:

$$\Phi_{G=1}(k) = \frac{\mu^k}{k!} e^{-\mu} \quad \text{voor } k = 0, 1, 2, \dots, \infty$$

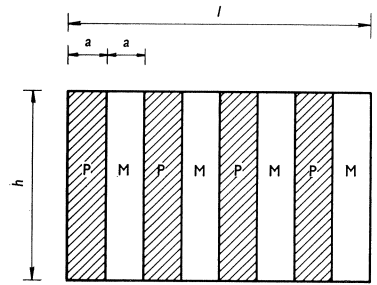


Fig. 23. Schematische voorstelling van het af te tasten proefstaafoppervlakje.

De kans op registratie van k elektronen op het scherm is:

$$\Psi_{G=1}(k) = \Phi_{G=1}(k) = \frac{\mu^k}{k!} \cdot e^{-\mu} \quad \text{voor } k = 0, 1, 2, \dots, (N_{\max}-1)$$

De kans op registratie van N_{\max} elektronen op het scherm is dan:

$$\Psi_{G=1}(N_{\max}) = \sum_{N_{\max}-1}^{\infty} \Phi(k)$$

Accepteert men nu een kans van hoogstens 5% op een vergissing tijdens het toewijzen tot groep (M) of (P) bij $G = 1$ dan kunnen de volgende ongelijkheden worden opgesteld:

$$\text{I.} \quad \sum_{k=0}^{k_0=N_0} \Psi_{G=1}(k) = \sum_{k=0}^{k_0=N_0} \frac{\mu_m^k}{k!} \cdot e^{-\mu_m} \geq 0,95$$

$$\text{II.} \quad \sum_{k=0}^{k_0=N_0} \Psi_{G=1}(k) = \sum_{k=0}^{k_0=N_0} \frac{\mu_p^k}{k!} \cdot e^{-\mu_p} \leq 0,05$$

$$\text{voor } k_0 = N_0 = 1/2 N_{\max}$$

Bij gegeven verhouding $\mu_m/\mu_p = a$ kunnen met de uitdrukkingen I. en II. $k_0 = N_0$, μ_m en μ_p worden berekend.

Beschouwen we nu het algemene geval: $G \neq 1$, dus $k_0 = N_0 G$.

De kans op registratie van k elektronen op het scherm wordt nu:

$$\Psi_G(k) \quad \text{voor } k = 1, 2, 3, \dots, (N_{\max}-G).$$

Dit is de som van G stochastisch onafhankelijke registraties, waarvan voor elk de waarschijnlijkheidsverdeling gegeven is door $\Psi_{G-1}(k)$. Hieruit is $\Psi_G(k)$ af te leiden met een algoritme die als volgt kan worden beschreven.

Beschouw de getallen $\Psi_{G=1}(k)$ als de coëfficiënten in de veelterm

$$\sum_{k=0}^{N_{\max}} \Psi_{G=1}(k) \cdot x^k = M(x)$$

Wordt nu $M(x)$ tot de macht G ontwikkeld dan zijn de coëfficiënten hiervan de getallen $\Psi_G(k)$, of in formule:

$$\{M(x)\}^G = \left\{ \sum_{k=0}^{N_{\max}} \Psi_{G=1}(k) \cdot x^k \right\}^G = \sum_{k=0}^{N_{\max} \cdot G} \Psi_G(k) \cdot x^k$$

Voor het toewijzen tot groep (M) of (P) kunnen weer de volgende ongelijkheden worden opgesteld:

$$\text{III.} \quad \sum_{k=0}^{k_0=N_0 G} \Psi_G(k) \geq 0,95 \quad \text{voor } \mu = \mu_m$$

$$\text{IV.} \quad \sum_{k=0}^{k_0=N_0 G} \Psi_G(k) \leq 0,05 \quad \text{voor } \mu = \mu_p$$

waarbij weer $\mu_m/\mu_p = a$ gegeven is.

Uit de bovenstaande betrekkingen zijn voor verschillende waarden van G met behulp van de elektronische rekenautomaat k_0 , μ_m en μ_p berekend.

De benodigde aftastlijnsnelheid, waaruit de lijnfrequentie (f_l) volgt, kan als volgt worden gevonden.

Stel het gebiedje (M) heeft een kleinste afmeting a_g mm in de richting van de lijnaftasting. De snelheid van de lijnaftasting (v_g) is dan:

$$v_g = \frac{a_g}{t_g} = \frac{G \cdot d}{t_g}$$

De verwachtingswaarde voor het gebiedje (M) is:

$$\mu_m = t_g \cdot n_m = \frac{G \cdot d}{v_g} \cdot n_m$$

waarin n_m is het aantal per seconde geëmitteerde elektronen t.p.v. de afbeelding van de vlamboog, $\varnothing d$ mm, uit het gebiedje (M). De snelheid van de lijnaftasting (v_l) op het scherm van de kathodestraalbuis is:

$$v_l = V \cdot v_g$$

met hierin V als de lineaire vergroting.

Derhalve

$$v_l = \frac{G \cdot d \cdot n_m}{\mu_m} \cdot V$$

De lijnfrequentie (f_l) wordt dan:

$$f_l = \frac{v_l}{L} = \frac{G \cdot d \cdot n_m \cdot V}{V \cdot l \cdot \mu_m} = \frac{G \cdot d \cdot n_m}{l \cdot \mu_m}$$

waarbij $D = Vd$ en $L = Vl$.

Wordt een verhouding van $l/d = 300$ aangehouden dan is:

$$f_l = \frac{G \cdot n_m}{300 \mu_m}$$

Grafisch is in fig. 24 het berekende verband weergegeven, en wel zodanig dat bij gegeven n_m en n_p de benodigde lijnfrequentie en het daarbij behorende scheidende vermogen gevonden kan worden. Hierbij wordt ervan uitgegaan dat voor het scherm $N_{\max} = 10$ geldt. Voorts is in de grafiek de mogelijkheid in acht genomen, dat bij onvoldoende contrast tussen de twee gebieden de aftasting meerdere malen kan plaats hebben. Aan deze mogelijkheid wordt nog een grens gesteld, omdat ook de fotografische lichtgevoelige laag verzadigd kan raken. Hier is aangenomen dat per 'punt' van deze laag (cirkeltje met $\varnothing D$) hoogstens 200 spots geregistreerd kunnen worden.

Zo lang als doenlijk is, zal men trachten het scheidende vermogen maxi-

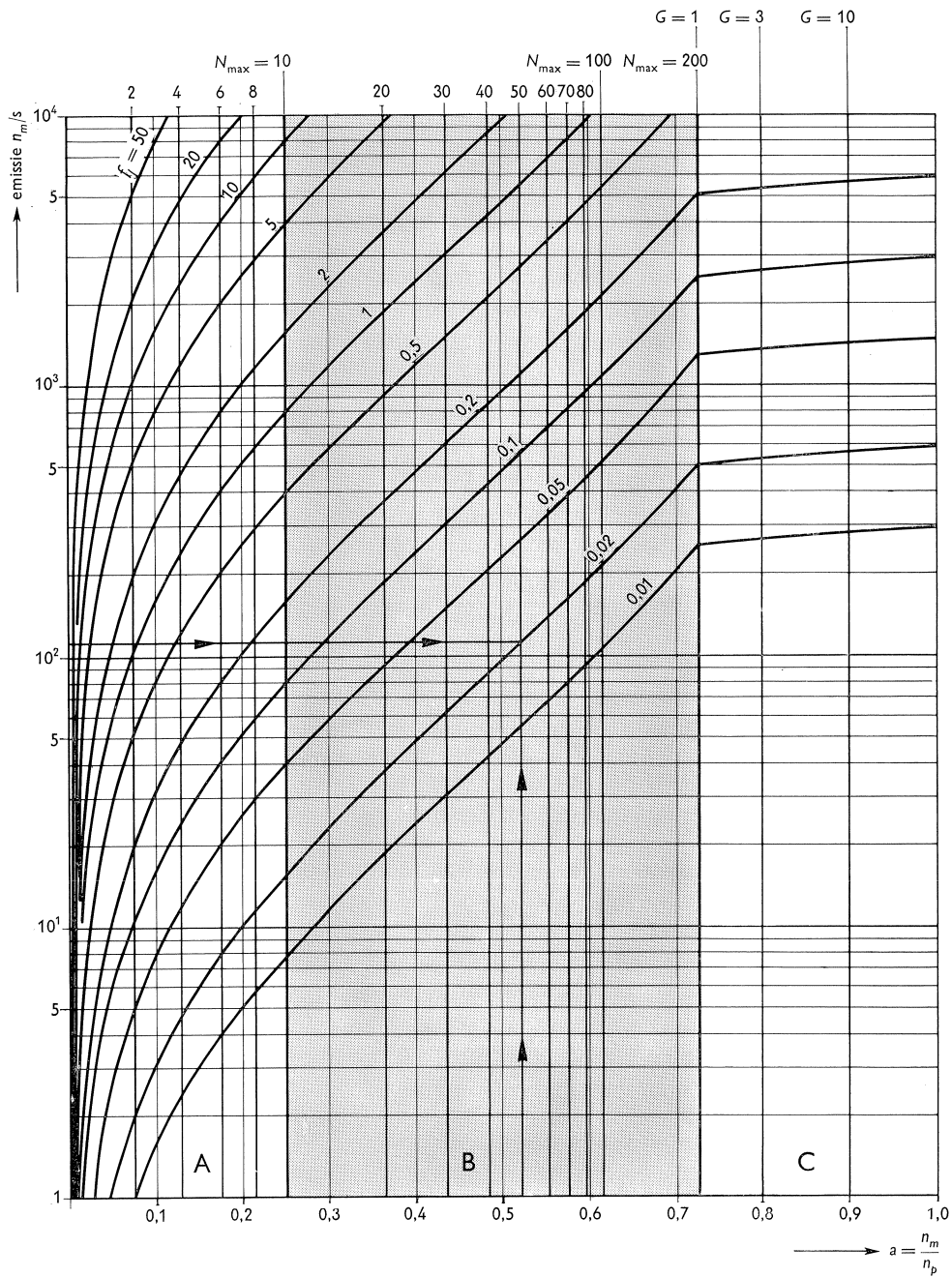


Fig. 24. Nomogram voor de bepaling van de lijnfrequentie f_l .

maal te houden, wat het geval is als de gebiedjes ter breedte van een afbeelding van de vlamboog van ca. $\varnothing 1 \mu\text{m}$ nog onderscheiden kunnen worden ($G = 1$).

In de grafiek zijn daarom drie gebieden (A, B en C) te onderscheiden.

- | | | |
|----|--------------------------|---------------------|
| A) | $0 < a < 0,25$ | $G = 1$ |
| B) | $0,25 \leq a \leq 0,725$ | $G = 1$ |
| C) | $0,725 < a \leq 1$ | $1 < G \leq \infty$ |

Het maximale scheidende vermogen is dus voor $0 < a \leq 0,725$ bereikt. Voor $a > 0,725$ neemt het scheidende vermogen snel af.

Nu is een scheidend vermogen van $1 \mu\text{m}$ in vergelijking met de lichtmicroscoop niets bijzonders, waar een scheidend vermogen van $0,2 \mu\text{m}$ te bereiken is. Wordt echter het detectievermogen ingevoerd dan blijft de lichtmicroscoop ver achter bij het hier beschreven apparaat.

Theoretisch zowel als praktisch is het mogelijk afbeeldingen, zij het vervormd, op atomaire schaal te verkrijgen, als aan twee voorwaarden wordt voldaan:

1. er moet voldoende elektronenemissie optreden;
2. de gebiedjes mogen niet dichter dan $1 \mu\text{m}$ bij elkaar liggen voor $a \leq 0,725$.

Als slot van deze beschouwing volgt de bepaling van de benodigde lijnfrequentie voor een praktijkgeval.

Voorbeeld: Bepaald is dat uit de gebiedjes (M) en (P) resp. $n_m = 112$ en $n_p = 213$ elektronen/s worden geëmitteerd.

De verhouding is: $a = \frac{n_m}{n_p} = \frac{112}{213} \approx 0,52$

Uit de grafiek volgt bij $n_m = 112$ elektronen/s en $a = 0,52$:

$$f_i = \frac{1}{50}$$

Op het scherm zouden 50 spots per 'punt' geregistreerd moeten worden. De grens aan dit aantal voor het scherm, tijdens één aftasting, is echter 10.

De lijnfrequentie f_i' moet dan worden:

$$f_i' = \frac{2}{100} \cdot \frac{50}{10} = \frac{1}{10}$$

Door nu 5 maal dezelfde lijn met een lijnfrequentie $f_i' = 1/10$ te nemen wordt bereikt dat N_{max} van het scherm niet wordt overschreden en het oplossend vermogen $1 \mu\text{m}$ blijft. Eis is dan natuurlijk dat de beweging van spiegel II foutloos reproduceerbaar is.

IV. BESCHRIJVING EN UITKOMSTEN VAN ENIGE PROEVEN

1 De proefstaven

Deze zijn gemaakt uit een Al-Mg-legering met ca. 1,5% Mg, welk materiaal werd gekozen omdat:

1. het meeste exo-elektronenonderzoek tot nu toe verricht is op aluminium of zijn legeringen;
2. dezelfde legering aangewend is bij theoretisch vermoeiingsonderzoek;
3. de vermoeiingssterkte ervan hoog ligt ten opzichte van de evenredigheids-grens;
4. de beschikbare vermoeiingsapparatuur zich goed leende voor het beproeven van het betreffende materiaal.

De chemische samenstelling van deze aluminiumlegering is als volgt:

Si	Mn	Fe	Mg	Cu	Zn	Al
0,19%	0,26%	0,30%	1,69%	< 0,02%	< 0,01%	rest (ca. 97,5%)

Het uitgangsmateriaal, geleverd in geëxtrudeerde staafvorm \varnothing 25 mm, bevatte als gevolg van deze bewerking langgerekte kristallen. Na koude voordeformatie met 10% rek werden uit dit materiaal de proefstaven op de draai-bank afgedraaid tot de gedaante volgens fig. 25. Het meetgedeelte werd zorgvuldig op $1/4 \mu\text{m}$ nauwkeurig met diamantpasta gepolijst.

Een op dezelfde wijze gepolijste hardstalen lagerkogel \varnothing 6 mm werd gebruikt om de bolvormige verdieping in de kleinste doorsnede van de proefstaaf te persen. De kracht, nodig om de juiste afmetingen van deze indruk te verkrijgen werd vooraf proefondervindelijk bepaald. Het verkregen oppervlak van de indrukking bleef van ongewijzigde kwaliteit, daar staaf- zowel als lagerkogeloppervlak van gelijke polijstkwaliteit waren. Vervolgens zijn de proefstaven onder schutgas (technisch zuiver argon) uitgegloeid bij 500°C gedurende 0,5 h. Ondanks het uitgloeien bleef aldus het metaaloppervlak hoogglanzend.

De langgerekte kristalstructuur was door het uitgloeien overgegaan in een meer regelmatige gedaante. De plaatselijke extra-deformatie als gevolg van het

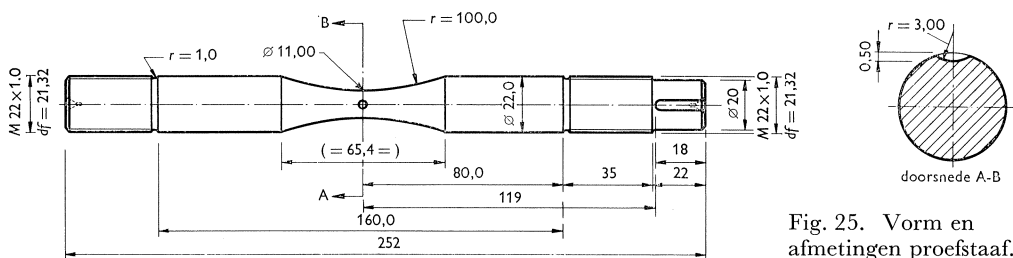
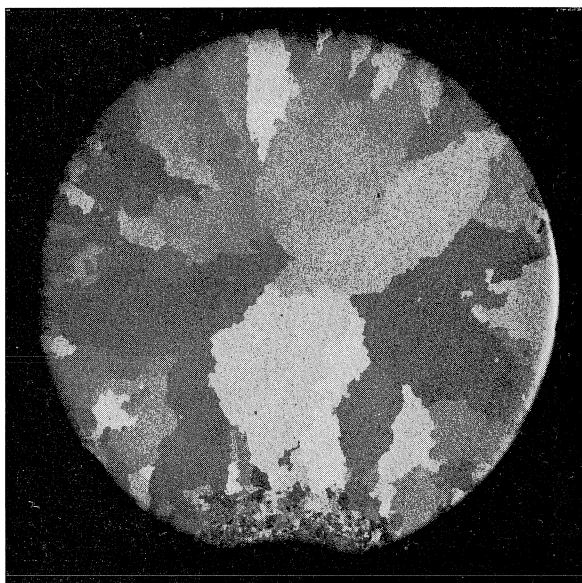


Fig. 25. Vorm en afmetingen proefstaaf.

Fig. 26. Macrofoto doorsnede proefstaaf, ($\approx 6\times$), etsmiddel 1% HF.



indrukken van de kogel leidde na de rekristallisatie tot een korrelverfijning aldaar (zie fig. 26). Dit bezwaar van een afwijkende structuur moest echter worden aanvaard als inherent aan de oplossing om een zuiver bolvormige uitholling als meetgebied te verkrijgen,

zolang geen andere bewerkingsmethode hiervoor als vervanger kan optreden.

De bolvormige verdieping werd nog geëtsd om de kristalstructuur zichtbaar te maken. Dit zal in de toekomst waarschijnlijk beter achterwege kunnen blijven, aangezien de korrelgrenzen zich na het etsen als groefjes manifesteren, terwijl bepaalde kristaloppervlakjes meer aangetast worden dan andere. Het oppervlak blijft derhalve niet glad, wat het uittreden van de elektronen beïnvloedt.

De mechanische eigenschappen van het uitgegloeide materiaal zijn als volgt:

Proport. grens $\sigma_{0,2}$	Breuksterkte σ_b	Vermoeiingssterkte σ_{verm}	Breukrek
8 kgf/mm ²	16 kgf/mm ²	7 kgf/mm ²	25%

2 Uitkomsten van proeven

De hieronder te vermelden resultaten werden alle met de in het voorgaande kort beschreven apparatuur verkregen. Hierbij was enkele malen de maximale vergroting bij de afbeelding op het scherm 800-voudig (lineair).

Met het apparaat kon, in verband met de nog moeilijk te verkrijgen optimale instelling, nog niet worden bereikt, dat de resultaten, voornamelijk ter zake van het scheidende vermogen, de uiterste graad van verfijning vertonen.

(In de verdere ontwikkelingsgang wordt in het bijzonder aan de opheffing van deze bezwaren op het terrein van instelling, juistere vorm en plaats van de telbuis, alsmede te krappe werkafstand speciaal aandacht besteed.)

a. *Plastisch vervormde gebieden*

Het goed functioneren van het apparaat is nagegaan met de eenvoudigste proef, waarbij een zo klein mogelijk krasje in het holletje werd 'afgetast'. Hierbij is de elektronenemissie zeer intens. Het plastisch gedeformeerde gebied is ook optisch-microscopisch goed waar te nemen, zodat instelling voor het aftasten gemakkelijk is.

Fig. 27 geeft het elektronenemissiebeeld van de kras weer. Hierbij was de aftasting ingesteld op 5 ms/cm en de lineaire vergroting ca. $400\times$. De hoogspanning op de teldraad moest betrekkelijk laag worden gehouden om een stabiele telling te verkrijgen; de pulshoogte werd aldus zeer klein.

Op de foto (fig. 27) is binnen de randen van de kras een gebied op te merken, waar (schijnbaar) niet veel elektronen werden geëmitteerd. Het tegendeel is echter waar: juist daar is de emissie-intensiteit zeer hoog geweest. Ter verklaring diene, dat bij zeer grote aantallen elektronen per tijdseenheid de pulshoogte afneemt, wat zich vooral uit bij telbuizen met zeer dunne anoden, zoals hier het geval was. De verminderde pulshoogte kwam *onder* de ingestelde drempelwaarde, de zgn. lower level van de tweede versterker-discriminator, welke nodig is om ruispulsjes uit te sluiten. De donkere zoom binnen het helderder begrensde gebied geeft aldus een onjuist beeld van wat aldaar zich aan elektronenemissie heeft afgespeeld.

Fig. 28 beeldt dezelfde kras uit als van de vorige figuur, echter bij een vergroting $200\times$. Er zijn thans reeds enkele details op te merken. De lichtvlek boven, links van het midden, is de zwakke elektronenemissie-afbeelding van een aldaar aanwezig eerder aangebracht krasje. De horizontale streepvormige onregelmatigheden zijn het gevolg van onvoldoende verti-



Fig. 27. Elektronen-emissiebeeld van krasje ($400\times$).

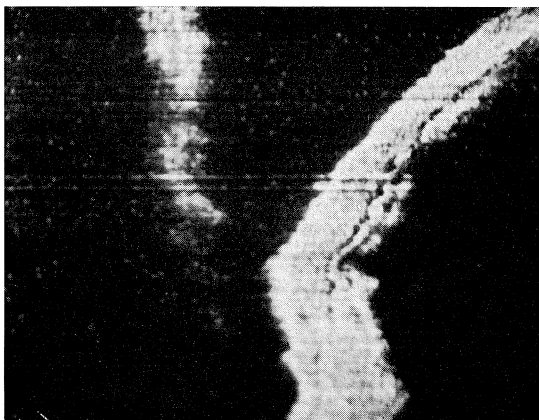


Fig. 28. Elektronen-emissiebeeld van krasje ($200\times$).

Fig. 29. Elektronen-emissiebeeld van krasje ($500\times$).



cale 'aansluiting' der horizontale aftastlijnen.

Bij een 500-voudige vergroting is een beeld verkregen als van fig. 29. Opvallend is de betere gedetailleerdheid van de samenstelling.

Zoals uit de grafiek fig. 24 blijkt wordt het voor $a > 0,5$ zeer tijdrovend een fotografische afbeelding te maken. Tevens neemt het scheidende vermogen G voor $0,725 < a < 1$ sterk af. Dit bezwaar kan opgeheven worden door gebruik te maken van de 'ratemeter', zie blokschema fig. 20. De ratemeter integreert het aantal pulsjes over een in te stellen tijd, en geeft dus een spanning af evenredig met het aantal door de telbuis geregistreerde elektronen. Door deze spanning nu op de y -ingang en de zaagspanning, die de rotatie van de spiegel II om de z -as veroorzaakt, op de x -ingang van de x - y -schrijver aan te sluiten, kan een zeer nauwkeurige weergave van de intensiteitsverdeling van de emissie uit het oppervlak bij één rotatie over een bepaalde hoek om de z -as worden verkregen. De bovengrens van de bezettingsgraad N_{\max} van de ratemeter en x - y -schrijver is nl. veel groter dan die voor scherm en fotoplaat, waardoor kleine intensiteitsverschillen, dus bij waarden van a weinig verschillend van 1 toch nog met maximaal scheidend vermogen zichtbaar kunnen worden gemaakt. Bij deze wijze van registratie is de rotatie van spiegel II om de x -as gestopt. Vanzelfsprekend kan ook om de laatstgenoemde as worden geroteerd, waarbij dan de z -rotatie wordt uitgeschakeld. Als voorbeeld wordt in fig. 30 de intensiteitsverdeling der emissie bij rotatie om de z -as in één lijnaftasting weergegeven. Deze lijnaftasting liep dwars over een fijne kras heen.

Worden bij het aftasten geen filters gebruikt, dan zal naast de kras foto-emissie optreden. Dit was het geval bij de opname weergegeven in fig. 31, een voorbeeld van een 'afbeelding' van een kras waarbij behalve deze zelf, ook de naaste omgeving zich heeft gemanifesteerd. Hierbij geldt als commentaar dat de emissie van de buurgebiedjes mogelijk komt van kristalvlakken met een lage uitreepotentiaal. Op deze basis kan dan ook een metaaloppervlak worden afgebeeld, dat geen plastische deformatie of inwerking van een kras bezit.

Fig. 32 vertoont in de streepvormige zones formaties, die overeenkomen met gebiedjes in het oppervlak met een lage emissie-intensiteit. Een passende interpretatie van dit verschijnsel ontbreekt voorshands: gedacht wordt aan plaatselijk hoger Mg-gehalte in de legering.

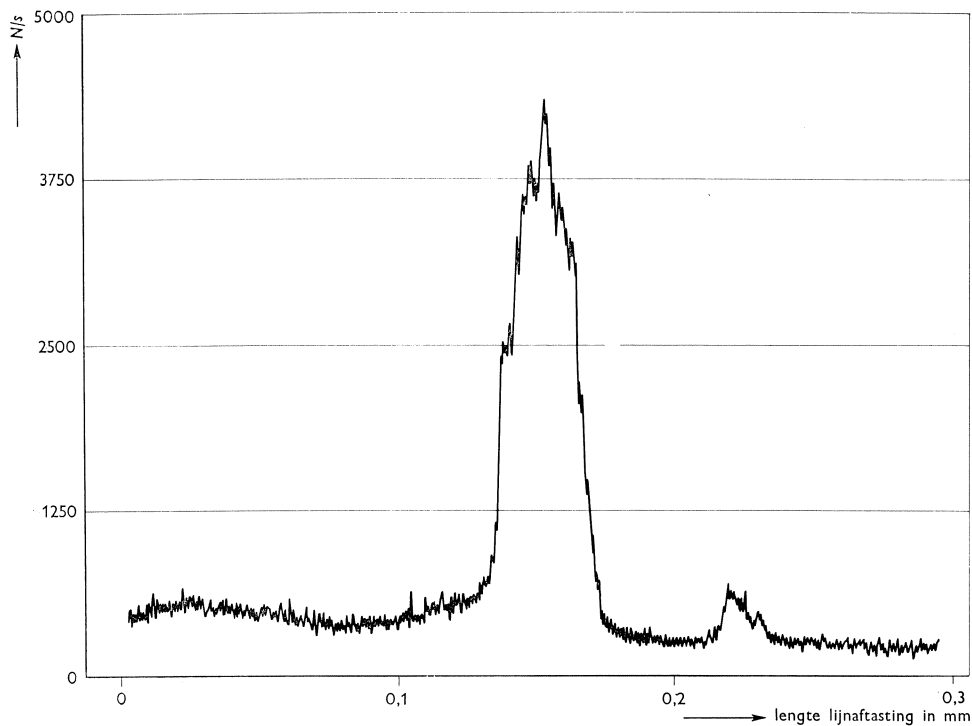


Fig. 30. Intensiteitsverdeling van de emissie bij lijnaftasting over een krasje.

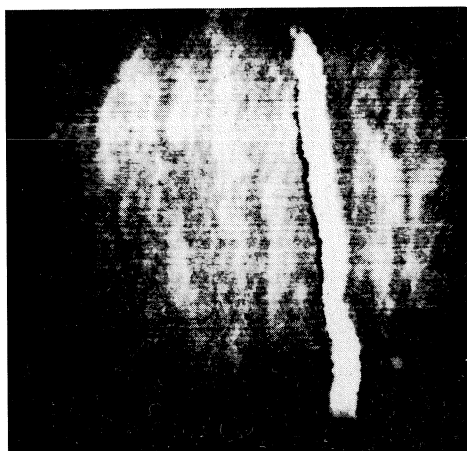


Fig. 31. Elektronen-emissiebeeld van een oppervlak met krasje (100×).

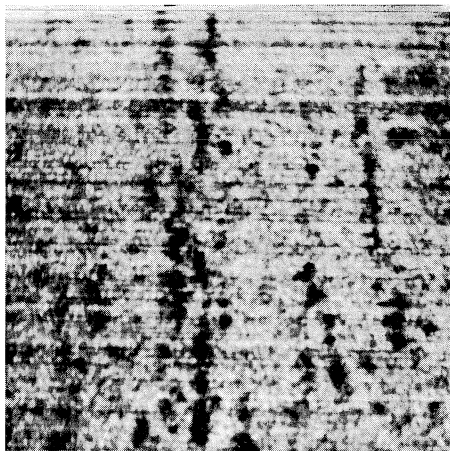
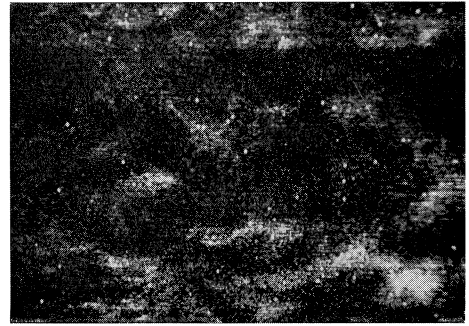


Fig. 32. Elektronen-emissiebeeld van een oppervlak (400×).

b. Gebieden aan de grens van plastische vervorming

Verder volgen nog uitkomsten, verkregen met proefstaven belast tot het optreden van plastische deformatie onder trek.

Fig. 33. Elektronen-emissiebeeld van plastisch gedeformeerd oppervlak ($200\times$).



De gedaante van de uitholling vervormde hierbij zodanig dat in het af te tasten beperkte gedeelte van dit oorspronkelijk holle boloppervlak geen zo scherpe afbeelding meer mogelijk was als anders. Het oplossend (scheidend) vermogen liep hierdoor terug (bij verder ontwikkelde apparatuur is dit inconvenient overwonnen).

Fig. 33 geeft een gebiedje weer, waarbij de eerste glijbanden zijn ontstaan, die elkaar over dit oppervlak snijden. De trekspanning staat loodrecht op de langste zijde van de foto.

Wordt de plastische vervorming voortgezet, dan blijken de glijbanden naar elkaar toe te groeien, de nog niet gedeformeerde gebiedjes nemen af in grootte. Een voorbeeld van deze fase, voorafgaand aan het totale vloeien, biedt fig. 34. Bij de betreffende registratie blijkt de lijnfrequentie te laag genomen te zijn ten opzichte van de rastersnelheid, met als gevolg het ontstaan van donkere horizontale hiaten tussen de op het scherm ontstaande lijnregistraties. Deze technische opname-onvolkomenheid doet echter weinig af aan de informatie, geboden door het beeld als geheel.

Dat zich, voorafgaand aan het zich manifesteren van glijbanden zoals in fig. 33 en 34, in gunstig georiënteerde kristallen glijlijntjes voordoen werd door een aantal proeven aangetoond, zie fig. 35. Het oplossend vermogen was door de slechte optische instelling zo sterk teruggelopen, dat de betreffende kristallen zich als witte vlekken aftekenden, waarin glijlijntjes zelf echter niet meer te onderscheiden waren. De oriëntering van de vlekjes wijst evenwel op een samenhang met de ontwikkeling van glijbandjes in het latere stadium van belasting.

Fig. 36 en 37 geven de afbeeldingen van emissies van een gedeformeerd oppervlak. De plastische vervorming is in fig. 36 kleiner dan in fig. 37. In deze laatste is de vervorming zó groot geworden, dat de gebiedjes tussen de deformatiebanden zeer sterk zijn gereduceerd.

3 Verder onderzoek

Zoals in het voorafgaande hier en daar werd aangeduid, ligt het in het voor-nemen, verder onderzoek van de beschreven aard uit te voeren met beter aan-gepaste apparatuur. Niet alleen om verbetering te kunnen verkrijgen in directe resultaten en hun interpretatiemogelijkheid, doch ook om door te dringen tot het ontstaan van een vermoeiingsverschijnsel (scheur), het verdere groeiverloop hierbij te leren kennen en de mogelijke begeleidende facetten op te sporen.



Fig. 34. Elektronen-emissiebeeld van plastisch gedeformeerd oppervlak (200×).



Fig. 35. Elektronen-emissiebeeld van plastisch gedeformeerd oppervlak (200×).

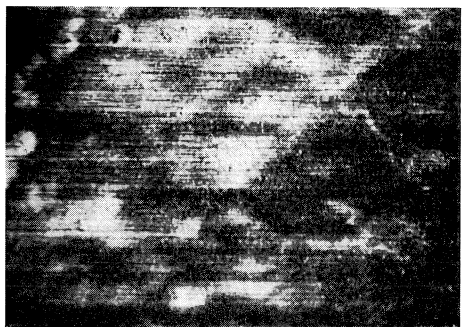


Fig. 36. Elektronen-emissiebeeld van plastisch gedeformeerd oppervlak (200×).

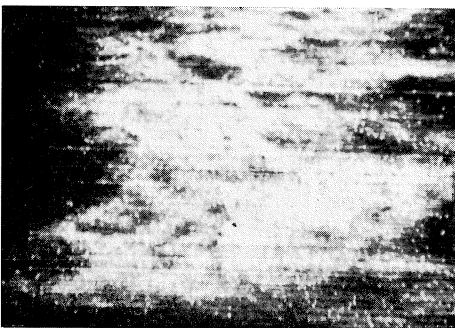


Fig. 37. Elektronen-emissiebeeld van plastisch gedeformeerd oppervlak (200×).

Bij deze voorlopige afsluiting zij met bijzondere erkentelijkheid gewag gemaakt van de door het *Laboratorium voor Metaalkunde, T.H., Delft* op zo bereidwillige en doeltreffende wijze betoonde medewerking, niet in het minst wegens de beschikbaarstelling van alle faciliteiten ten behoeve van het verrichte onderzoek.

Literatuur

22. VEERMAN, C. C., *Heron*, 2 (1967), 25.
23. HUGUENIN, M. E. L., *Ann. de Phys.*, 2 (1957), 214.
24. KOCH, W., *Z. Phys.*, 152 (1958), 1.
25. HOENIG, S. A. en D. L. CREIGHTON, *Mat. Res. Stand.*, 3 (1963), 899.
26. CREIGHTON, D. L. en S. A. HOENIG, *Trans. Met. Soc. AIME*, 233 (1965), 1368.
27. KRAMER, J., *Z. Phys.*, 135 (1953), 251
28. KRAMER, J., *Act. Phys. Austr.*, 10 (1957), 392.
29. RUSSELL, W. R., *Proc. Roy. Soc. (London)*, 61 (1897), 424.
30. CHURCHILL, J. R., *Trans. Electrochem. Soc.*, 76 (1939), 341.
31. BECKER, M. en G. WOLFF, *Z. Metallk.*, 45 (1954), 286.
32. PEPPERHOFF, W., *Z. Metallk.*, 43 (1952), 402.
33. GOBRECHT, H. en G. BARSCH, *Z. Phys.*, 132 (1952), 129.
34. HOLSHOUSER, W. L. en J. A. BENNET, A.S.T.M. (preprint), (1962).
35. MELEKKA, A. H. en W. BARR, *Nature*, 187 (1960), 232.
36. GROSSKREUTZ, J. C., *J. Appl. Phys.*, 33 (1962), 2653.