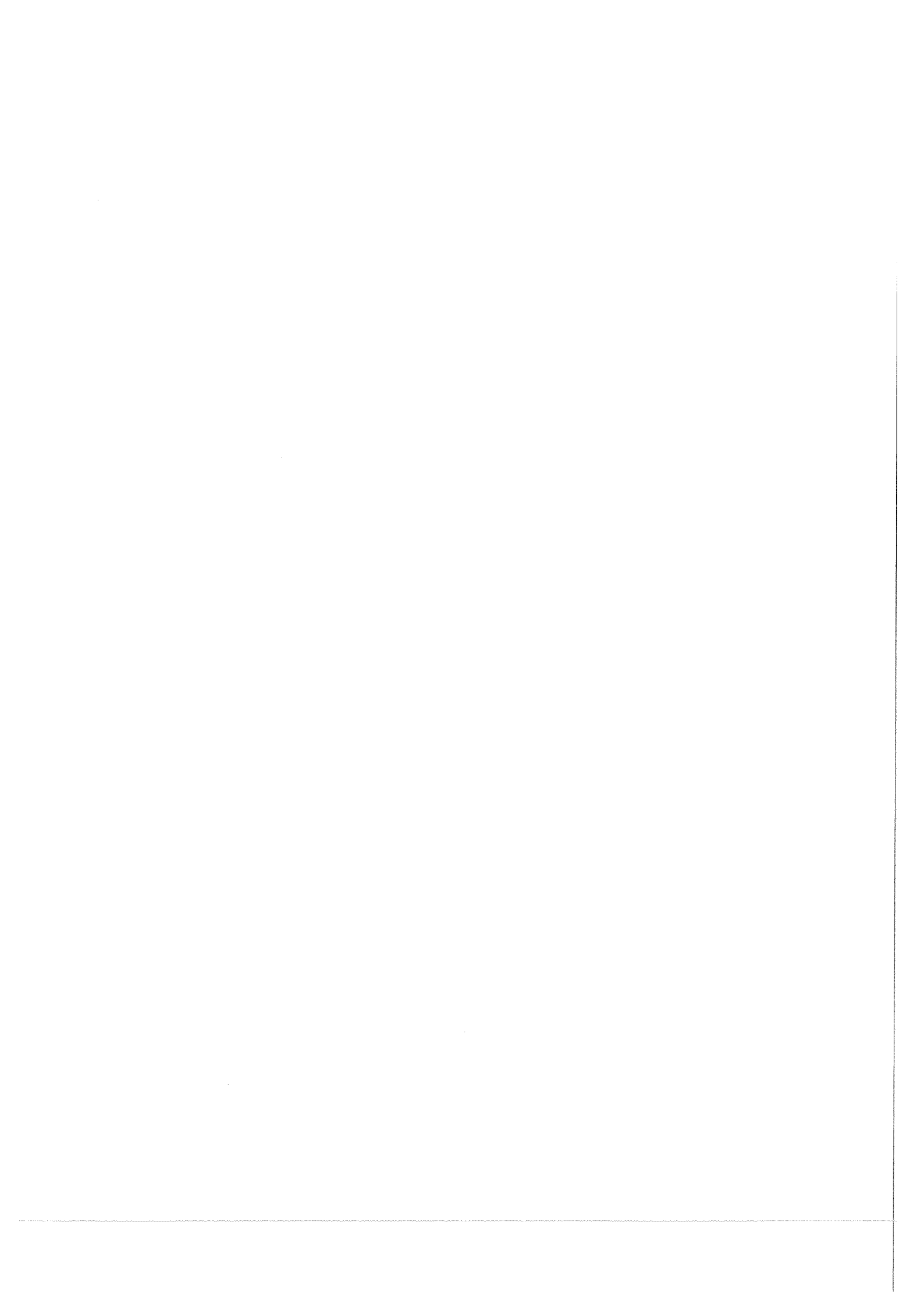


HASIGUTIDEMPING IN EEN CuAl LEGERING  
EN  
ZENERDEMPING IN Au<sub>3</sub>Cu EENKRISTALLEN

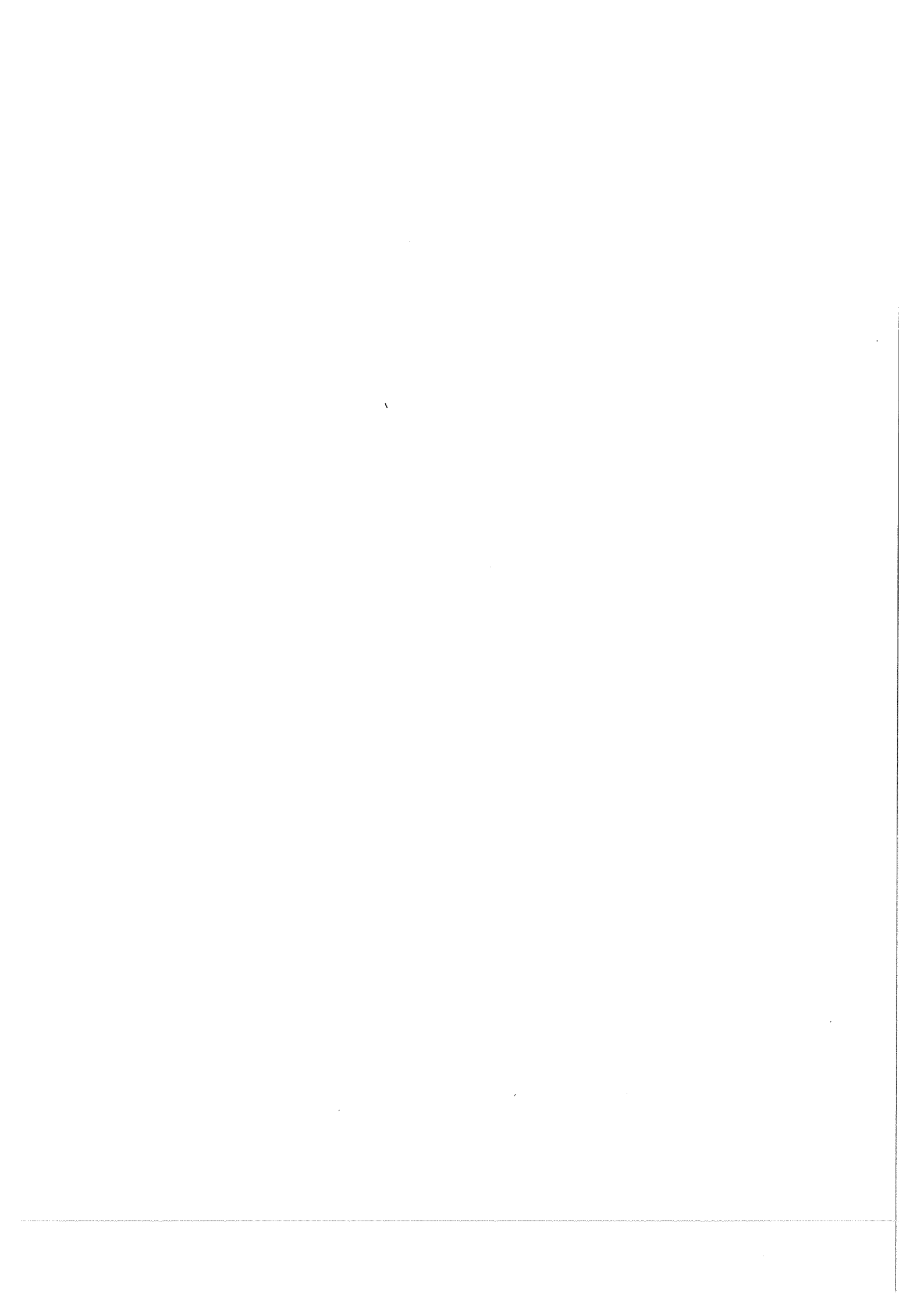
Afstudeerverslag  
H.J. Berbée

Werkgroep Metaalfysica  
Laboratorium voor Metaalkunde.

Delft, januari 1977.

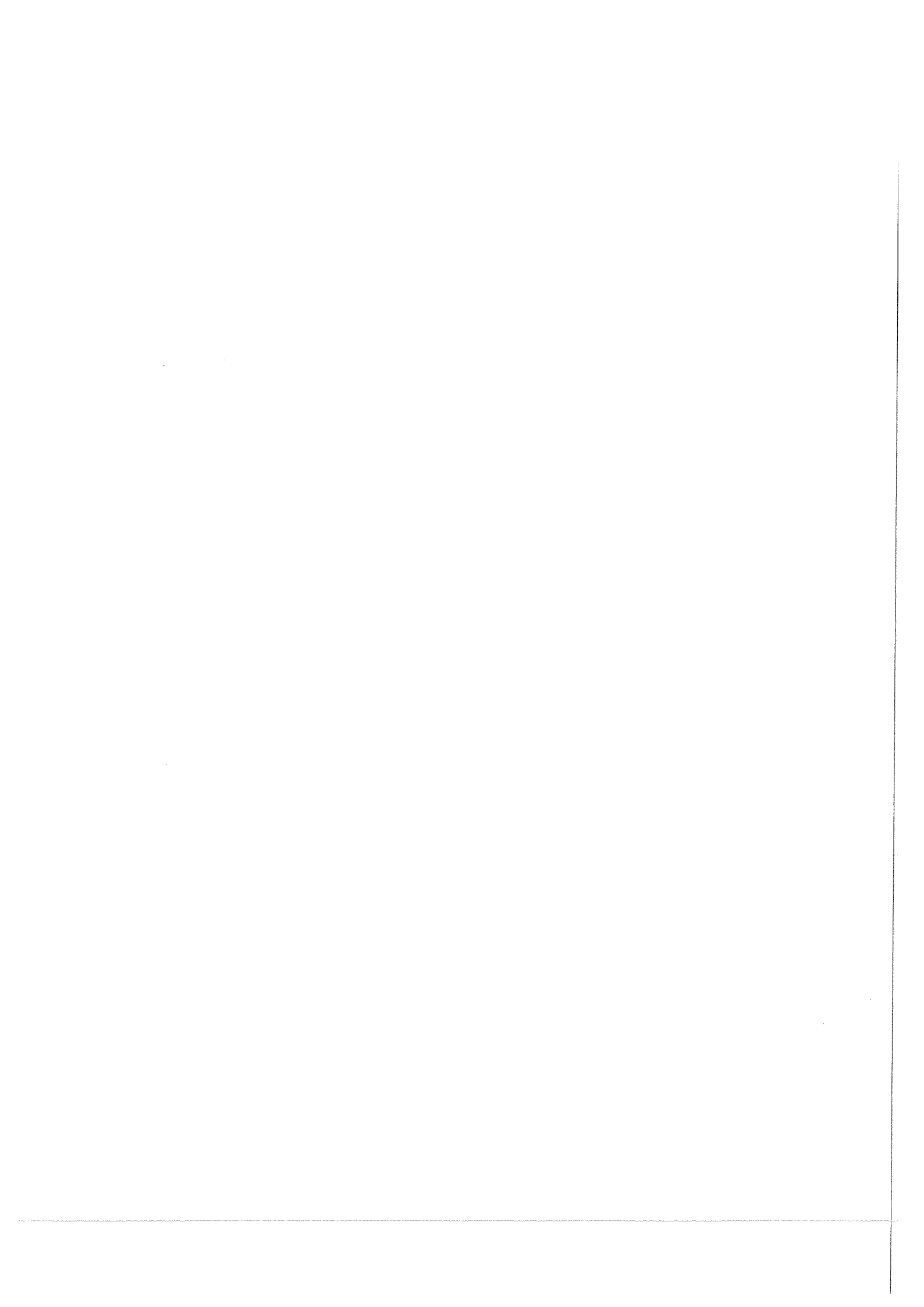


<u>Inhoud</u>	<u>blz.</u>
Inhoudsopgave	1
Lijst van gebruikte symbolen met eenheden	2
Deel A	3
A.I.    Inleiding	3
A.II.   Theorie	4
A.III.  Literatuuronderzoek	7
A.IV.   Meetmethode	9
A.V.    Meetopstelling	11
A.VI.   Preparaten	14
A.VII.  Meetresultaten	15
A.VIII. Bespreking van de resultaten	17
A.IX.   Konklusies	18
Deel B.	19
B.I.    Inleiding	19
B.II.   Theorie	20
B.III.  Meetprocedure	23
B.IV.   Meetopstelling	26
B.V.    Preparaten	29
B.VI.   Meetresultaten	30
B.VII.  Konklusies	33
Samenvatting	35
Summary	36
Literatuurlijst	37



Lijst van gebruikte symbolen.

a	dikte van het eenkristal	m
B	$S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2}S_{44}$	$m^2/N$
b	breedte van het eenkristal	m
E	elasticiteitsmodulus	$N/m^2$
f	slingerfrequentie	Hz
G	torsiemodulus	$N/m^2$
I	traagheidsmoment van de slinger	$kg\ m^2$
$J^*$	compliantie	$m^2/N$
$J_1, J_2$	reële, imaginaire deel van $J^*$	
$K_1$	konstante	
k	konstante van Boltzmann	eV/K
$P_x$	dempingspiek x	
p	periodetijd	s
$Q_{r1}$	activeringsenergie	eV
$Q^{-1}, Q_{max}^{-1}$	damping, maximale damping	
R	gaskonstante	eV
$s_{ij}^*$	compliantiecoëfficiënt	$m^2/N$
$s_{ij}, \bar{s}_{ij}$	reële, imaginaire deel van $s_{ij}^*$	$m^2/N$
T	temperatuur	K( $^{\circ}C$ )
$T_p$	temperatuur waar damping maximaal is	K( $^{\circ}C$ )
t	tijd	s
W	energie	J
$\delta$	logaritmisch decrement	
$\Delta_f$	relaxatiesterkte	
$\Delta_m, \Delta_t$	gemeten, theoretische piekbreedte	$K^{-1}$
$\epsilon$	vervorming	
$\epsilon_{an}, \epsilon_{ee}$	anelastische, elastische vervorming	
$\kappa$	kompressibiliteit	$N/m^2$
$\sigma$	mechanische spanning	$N/m^2$
$\mu$	dwarscontractie (konstante van Poisson)	
$\tau$	relaxatietijd	s
$\tau_0$	relaxatietijd bij $T \rightarrow \infty$	s
$\tau_5, \tau_6$	schuifspanningen	$N/m^2$
$\omega$	hoekfrequentie	Hz



Het afstudeerwerk valt op te splitsen in twee delen n.l.:

A. Het meten van Hasigutidempingspieken in een CuAl-legering.

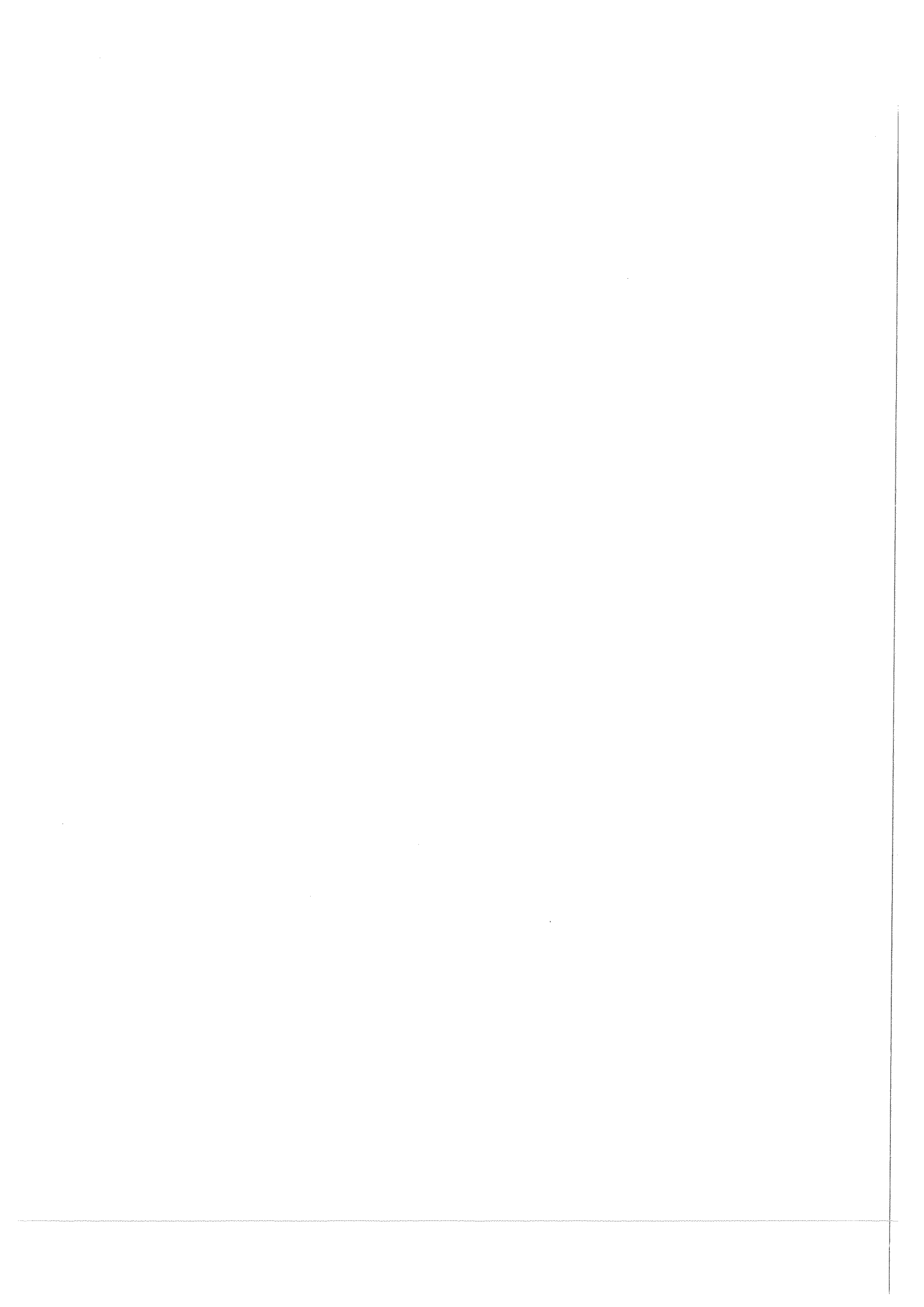
B. De Zenerdemping in  $Au_3Cu$  eenkristallen.

## Deel A

### A.1. Inleiding

Indien men zuiver koper bij 77 K deformeert en vervolgens de inwendige demping meet als functie van de temperatuur, dan vindt men afhankelijk van de meetfrequentie, tussen 77 en 300 K drie dempingspieken. Deze dempingspieken noemde Hasiguti [3] resp. de  $P_1$ ,  $P_2$  en  $P_3$  piek. Om zijn theorie te bevestigen dat deze pieken veroorzaakt werden door de aanwezigheid van vreemde atomen voegde Hasiguti enkele tienden atoomprocenten Ag toe. Het resultaat was dat de  $P_1$  en  $P_3$  pieken onder bepaalde omstandigheden zeer groot bleken te worden. In tegenstelling tot Au bleek het toevoegen van Al ook een soortgelijk effect te hebben.

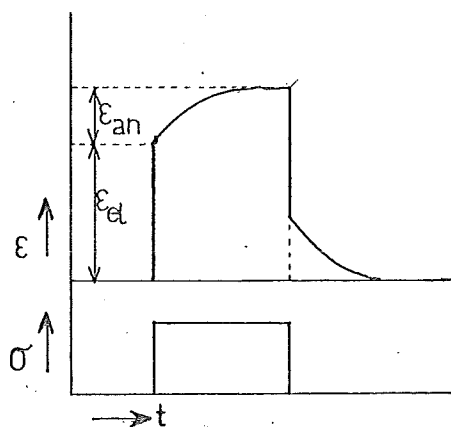
Doel van het onderzoek is te proberen de pieken in CuAl te meten, om daarna te onderzoeken of het verschijnsel ook bij CuNi voorkomt.



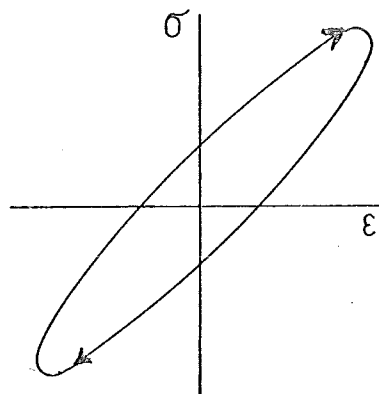


## A.11.Theorie

Voor het bepalen van elastische eigenschappen van metalen maakt men veelal gebruik van een slingeropstelling. Men kan het daarin gespannen materiaal bijvoorbeeld in torsietrilling brengen. Stopt men het aanstoten van de slinger, dan zal de trilling uitdempen. Dit uitdempen kan veroorzaakt worden door uitwendige factoren, bijv. wrijving. Deze bijdrage in de demping noemt men de uitwendige demping. Dempt een trilling t.g.v. inwendige factoren, dan spreekt men van inwendige demping. Deze inwendige demping, in het vervolg slechts aangeduid met demping, berust op het verschijnsel dat bij een wisselende mechanische spanning  $\sigma$  de vervorming  $\epsilon$  in fase achter blijft. Dit wordt veroorzaakt doordat  $\epsilon$ , behalve een elastisch gedeelte,  $\epsilon_{el}$ , ook bestaat uit een anelastisch gedeelte,  $\epsilon_{an}$ . Zie ook fig. 1.a. Deze  $\epsilon_{an}$  is tijdsafhankelijk en reversibel. Wanneer de spanning nul wordt, zal ook de



figuur 1.a. Rek-Relaxatie



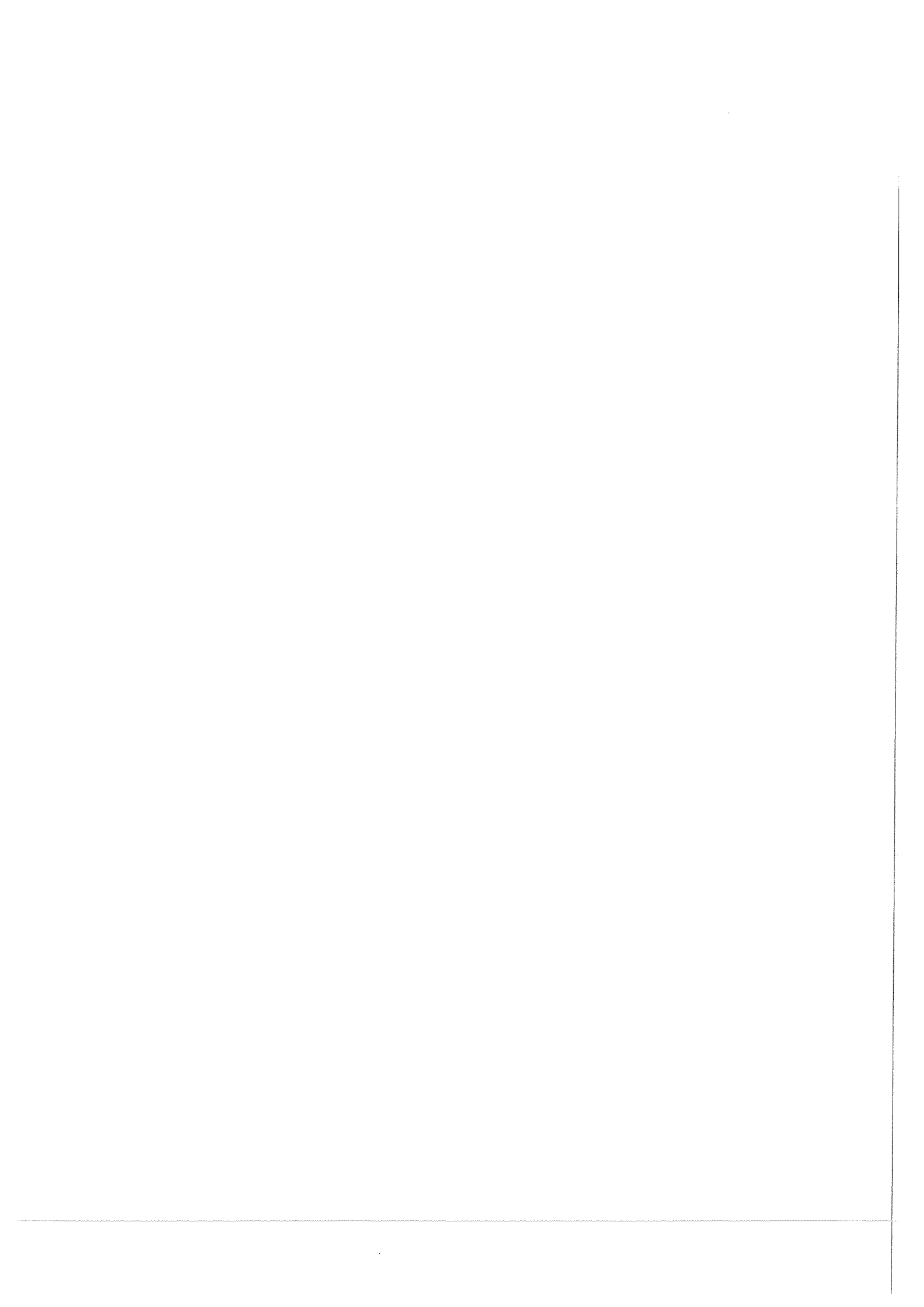
figuur 1.b.  $\sigma$ - $\epsilon$  diagram

totale  $\epsilon$  nul worden. Dit verschijnsel noemt men rek-relaxatie. Zet men een periodieke  $\sigma$  en  $\epsilon$  uit in een  $\sigma$ - $\epsilon$  diagram dan wordt een ellips doorlopen, fig. 1.b. De oppervlakte van de ellips is een maat voor de gedissipeerde energie per periode en ook een maat voor de inwendige demping. Hoe meer  $\epsilon$  in fase achter is op  $\sigma$ , dus hoe groter de oppervlakte van de ellips is, hoe groter de demping is.

De demping is echter niet constant bij veranderende temperatuur en omdat  $\epsilon_{an}$  verschillende oorzaken kan hebben, vertoont de grafiek van de demping als functie van de temperatuur verschillende pieken en sprongen. Dit is nog afhankelijk van het materiaal en de plastische deformatie.

Hier volgen enkele bekende dempingsverschijnselen in plastisch vervormde materialen.

1. Bordoni-demping [10]. Een dempingspiek bij een temperatuur van ongeveer een derde van de Debijetemperatuur. Het dempingseffect wordt veroorzaakt



door de vorming van thermische kinks. Dit zijn dubbelkinks in dislokaties die evenwijdig zijn aan de dichtstgepakte richtingen. De zogenaamde thermisch geactiveerde dubbelkinks bestaan uit twee kinks, van tegengesteld teken, die vrij dicht bij elkaar liggen. Belangrijk voor het effect is dat de onderlinge afstand van de gevormde kinks groter is dan een bepaalde kritische waarde, omdat de kinks anders naar elkaar toe bewegen en elkaar opheffen. Het ontstaan van de kinks is de oorzaak van het faseverschil van  $\sigma$  en  $\epsilon$ .

2. Granato-Lücke-demping [4]. De amplitude onafhankelijke G-L-demping vertoont een dempingssprong bij een iets hogere temperatuur dan die, waarbij de Bordoni-demping optreedt. De demping wordt verklaard met het dislokatiemodel. T.g.v. een elastische spanning buigt een dislokatielijn zich uit tussen zijn pinpunten. De uitbuigende dislokatielijn ondervindt atomair echter een "wrijving". Dit vertraagde uitbuigen veroorzaakt de demping. Bij een grote spanning c.q. vervorming kan een dislokatielijn van zijn pinpunten losbreken. Men spreekt dan van een amplitude afhankelijke demping [10].

3. Hasiguti-demping [3, 9]. Deze demping vertoont drie pieken tussen 77 en 300 K. De theorieën over het ontstaan van de pieken zijn nog niet afgerond, maar men verklaart het ontstaan in het algemeen als volgt. De door de opgelegde spanning uitbuigende dislokaties zitten gepind. Deze pinpunten zijn in tegenstelling tot die bij de Granato-Lücke-demping niet vast aan hun plaats gebonden, maar kunnen thermisch van hun plaats losgemaakt worden. Een dislokatie moet dan niet alleen van een pinpunt losgerukt worden, maar wordt bovendien in zijn beweging vertraagd door een meebewegend pinpunt, waarna er opnieuw een ontpinning moet plaats vinden. Hierdoor ontstaat er een faseverschil tussen  $\sigma$  en  $\epsilon$ , dus demping. Zie ook fig. 2.

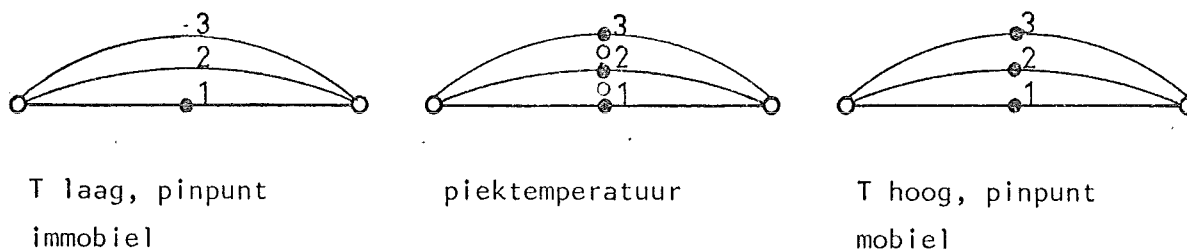
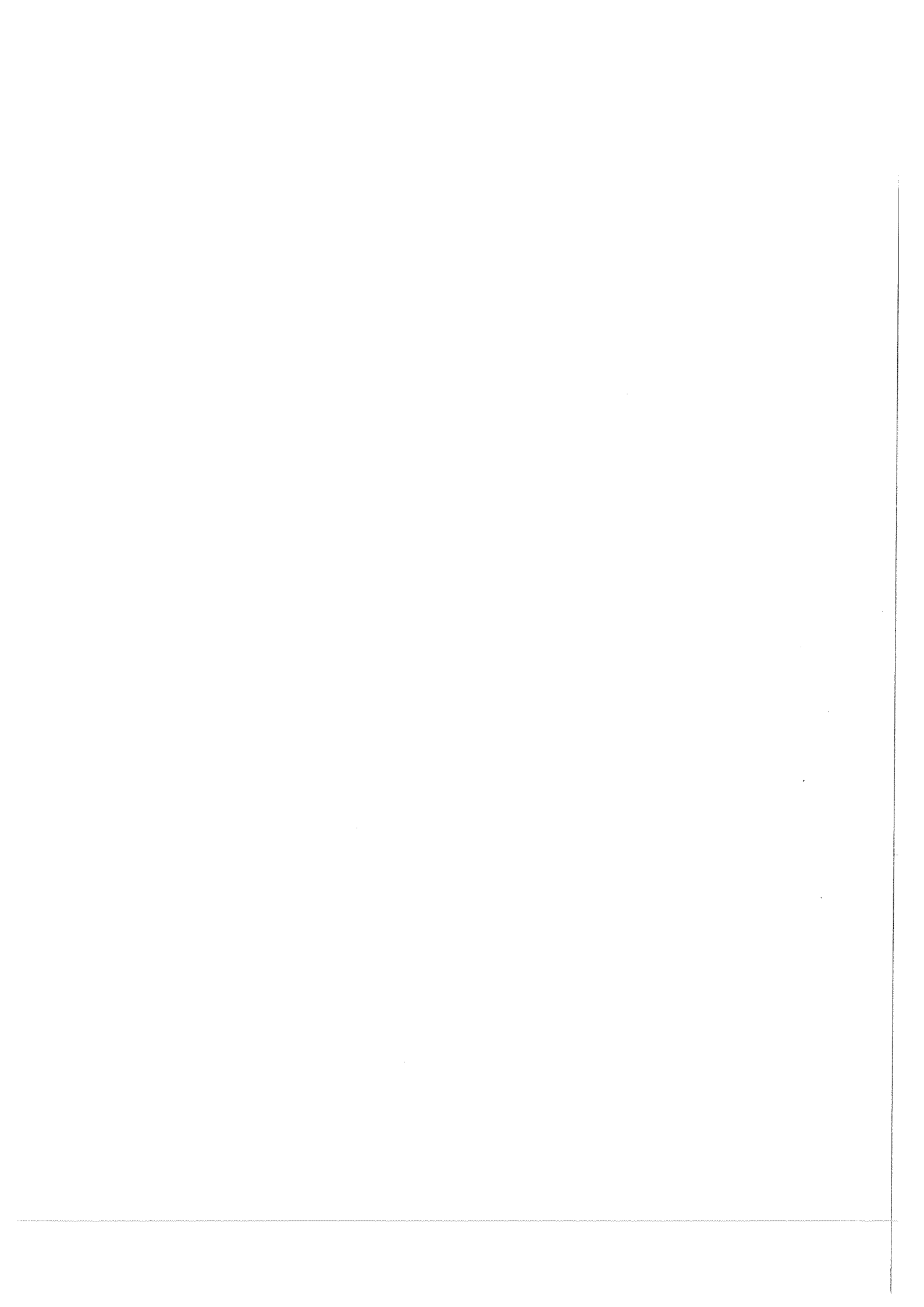


fig. 2. Drie fasen van een uitbuigende dislokatielijn bij verschillende temperaturen.

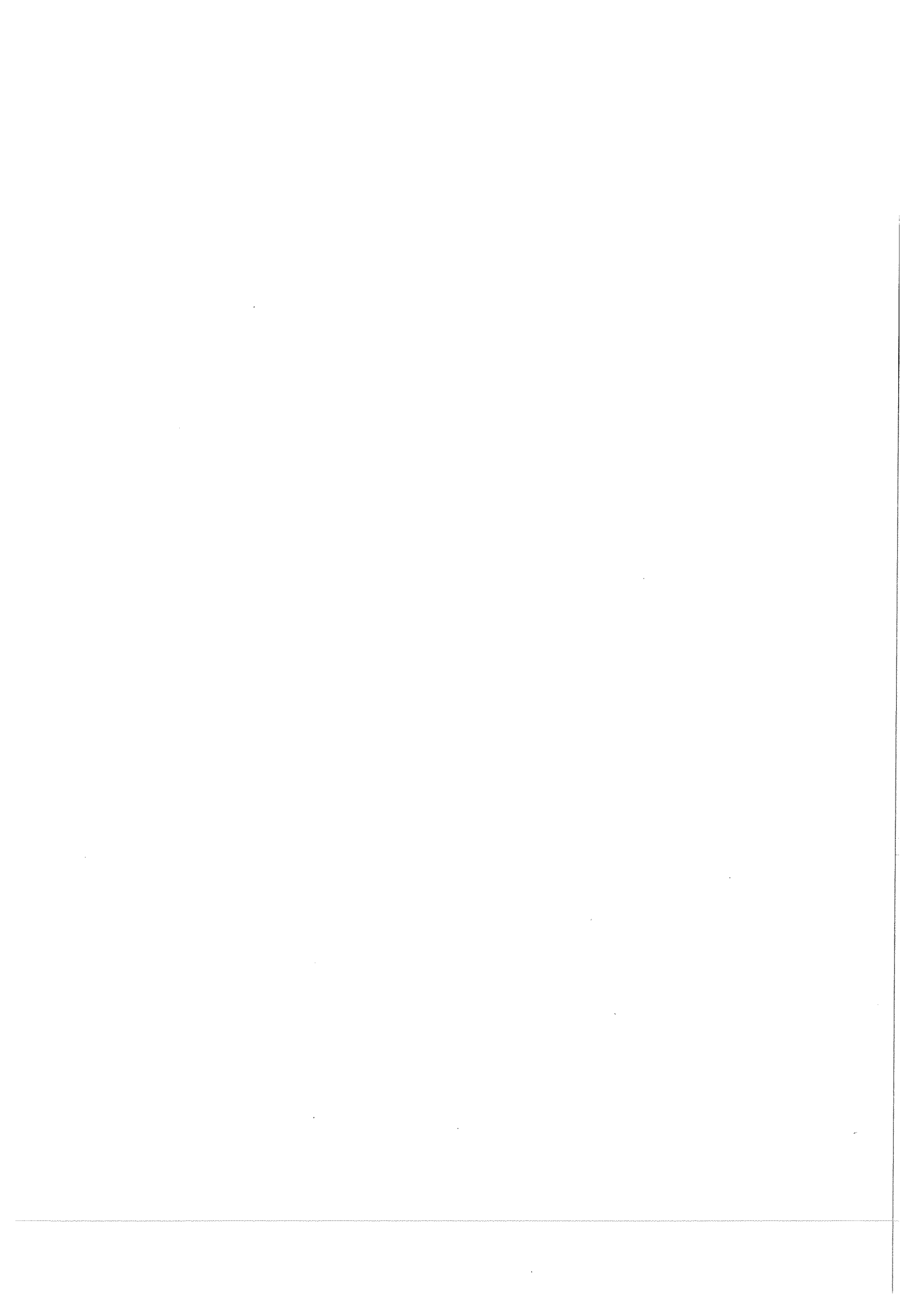


Is de temperatuur laag, dan is het pinpunt immobiel en wordt de uitbuigende dislokatie niet vertraagd door een meebewegend pinpunt. Bij hoge temperatuur is de bewegelijkheid van het pinpunt zo groot, dat het niet meer vertragend op het uitbuigen van de dislokatielijn werkt. Er is dus een dempingspiek, daar waar de pinpunten achter de dislokatie aanspringen.

De verschillende roosterfouten, die als pinpunten optreden, zoals: vacatures, vreemde atomen of vacature-vreemd atoom paren hebben niet dezelfde bindingsenergie. Het is dus verklaarbaar dat niet-identieke pinpunten door verschillende energetische eigenschappen hun bijdrage tot de demping bij verschillende temperaturen hebben. Vandaar dat er dus verscheidene dempingspieken gevonden kunnen worden.

De hoogte van de dempingspieken is sterk afhankelijk van de mate van plastische deformatie en van de wijze waarop deze deformatie is aangebracht. De hoogte van de pieken is namelijk afhankelijk van het aantal dislokaties en pinpunten welke tijdens de meting een bijdrage leveren voor de demping. Hoe meer dislokatielijnen en pinpunten bij een bepaalde temperatuur uitbuigen resp. verspringen, hoe hoger de piek.

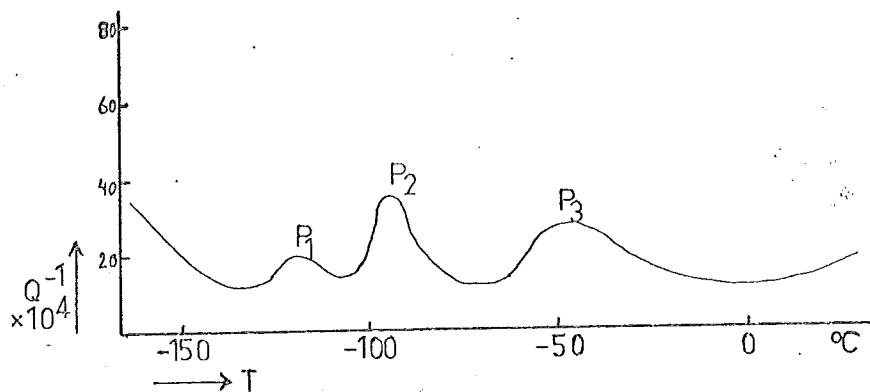
Ook de temperatuur waarbij een piek optreedt ligt niet eenduidig vast, maar is hoger naarmate de frequentie waarbij gemeten wordt hoger is. De frequentie van de trilling wordt hoofdzakelijk bepaald door de afmetingen van het proefstuk en door de elastische eigenschappen van het materiaal. Doet men de proef m.b.v. een slingerlichaam dan kan men de frequentie nog variëren door het traagheidsmoment van het slingerlichaam te veranderen. Zijn er geen verschillen in meetfrequentie, dan zullen ook de piektemperaturen dezelfde zijn.



### A.III. Literatuuronderzoek

Metingen van Hasiguti e.a.

Metingen aan zuiver koper (99,99%) leveren na deformatie bij 77 K drie dempingspieken op, fig. 3. Voor piek  $P_2$  treedt al thermisch herstel op bij temperaturen boven 200 K, terwijl dat voor  $P_1$  en  $P_3$  pas het geval is bij temperaturen van 300 K of hoger. Deformeert men bij kamertemperatuur, en brengt men het preparaat binnen een half uur op 77 K, dan vindt men daarom alleen  $P_1$  en  $P_3$ .



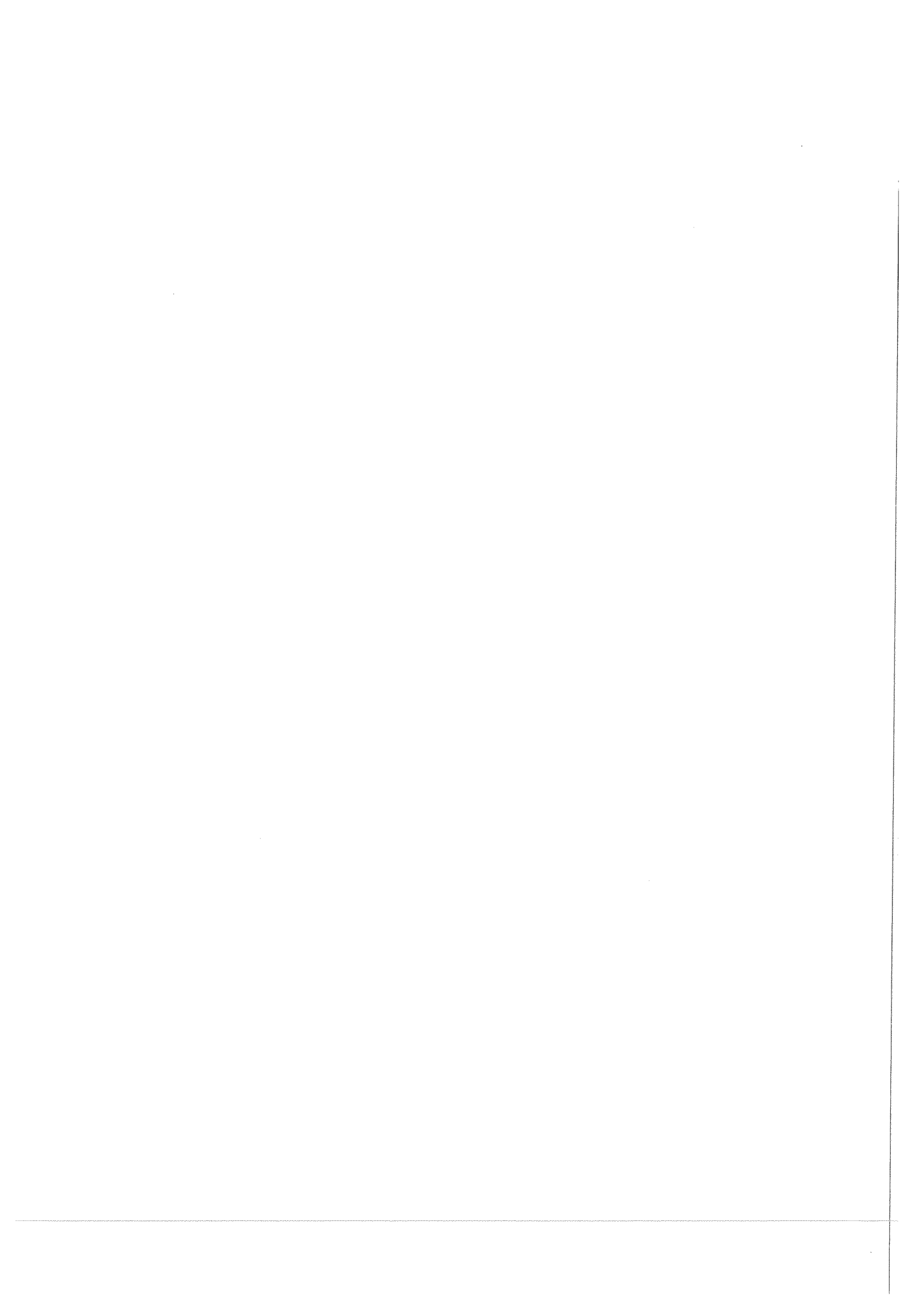
figuur 3. Dempingskromme met Hasiguti-pieken.

Hasiguti e.a. [3] veronderstelden dat het toevoegen van extra substituties zou leiden tot meer pinpunten en dus tot hogere dempingspieken. Het resultaat van zijn onderzoekingen was dat de piekhoogte een functie was van de hoeveelheid opgeloste vreemde atomen. Zo vond hij een optimale piekhoogte voor 0,1 at% opgeloste zilver in koper. Dit werd verklaard door te veronderstellen dat in zuiver koper weinig pinpunten zijn en in oplossingen met meer dan 1 at% Ag wordt de dichtheid van pinpunten zo groot dat de dislokatielijnen niet meer uitbuigen, een dislokatielijn is dan op meerdere plaatsen gepind. De resultaten waren opzienbarend, de demping  $Q^{-1}$  liep op tot  $200 \cdot 10^{-4}$  tegen  $5 \cdot 10^{-4}$  bij zuiver koper.

Voegt men goud toe i.p.v. zilver dan vindt men geen noemenswaardige verschillen van zuiver koper. Aluminium vertoont het verschijnsel daarentegen weer wel en werd een  $Q^{-1}$  gemeten van  $550 \cdot 10^{-4}$ . Hier was een aluminium toevoeging van 0,13 - 0,18 at% optimaal.

Men vond dat de  $P_1$  en  $P_3$  pieken iets naar hogere temperaturen verschoven waren. Men noemde ze daarom ook niet langer  $P_1$  en  $P_3$ , maar  $P_a$  en  $P_b$  pieken, dit om onderscheid te kunnen maken met zuiver koper.

De gevonden waarden van  $Q^{-1}$  bij  $P_a$  en  $P_b$  bleken slecht reproduceerbaar te





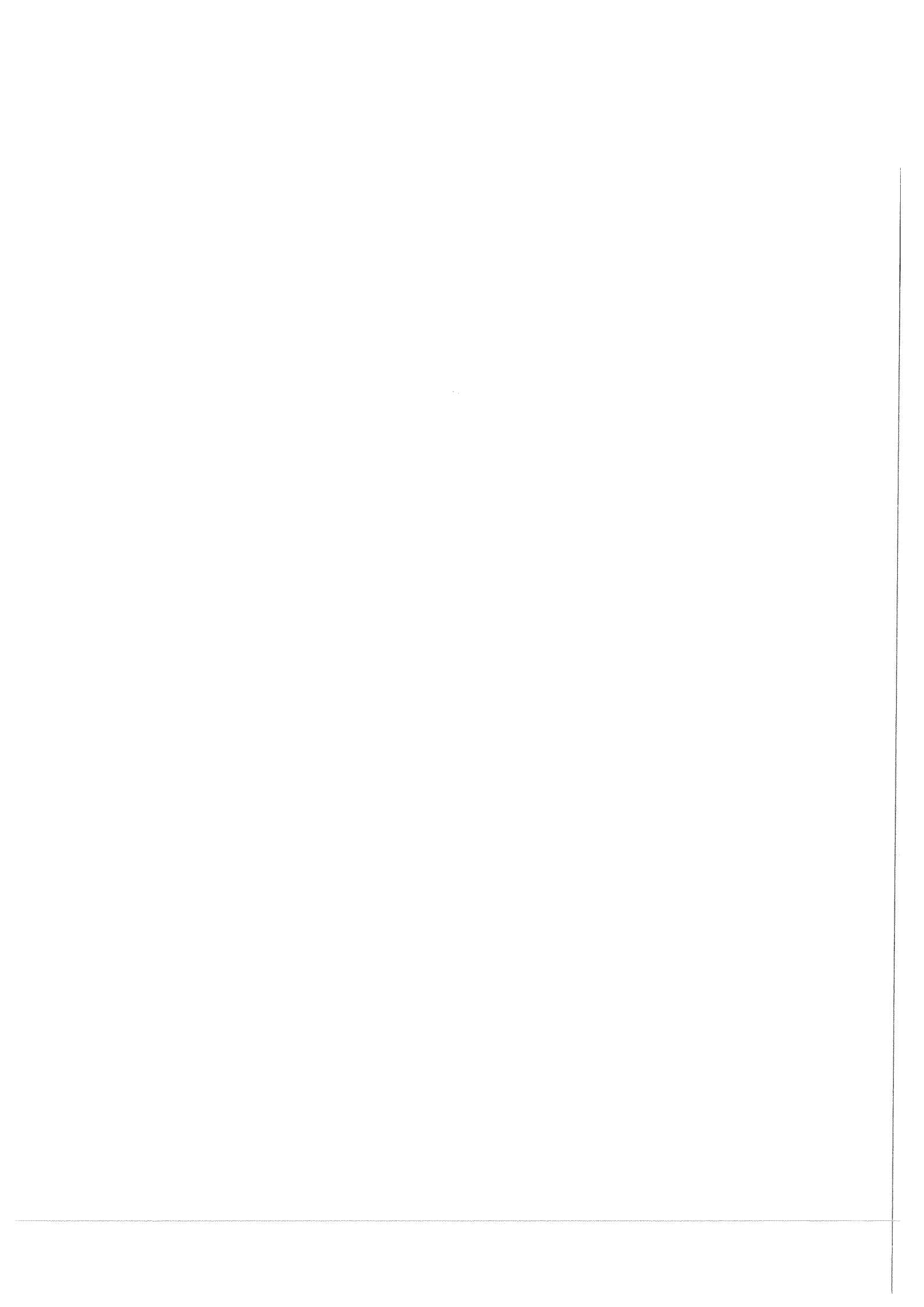
zijn en waren sterk afhankelijk van voorbehandeling van het proefstaafje. De beste resultaten vond men als men na het uitgloeien het staafje 20% deformeerde door het door een treksteen te halen.

Vooraf  $P_b$  werd dan zeer hoog,  $P_a$  in mindere mate. De hoogten van  $P_b$  konden echter onderling een factor 4 à 5 verschillen zonder dat er van een andere voorbehandeling sprake was. Bij proeven met torsie als vóórdeformatie was, afhankelijk van het deformatie percentage,  $P_a$  in zelfde orde van grootte als  $P_b$ , terwijl bij rek het effect verwaarloosbaar was. De deformaties werden in bijna alle gevallen bij kamertemperatuur uitgevoerd en vervolgens werd het staafje binnen een half uur naar 77 K gebracht.

De inwendige demping werd gemeten met een torsieslinger. De frequenties waren ca. 1 à 2 Hz. De deformatieamplitude van de trilling bedroeg minder dan  $10^{-5}$ .

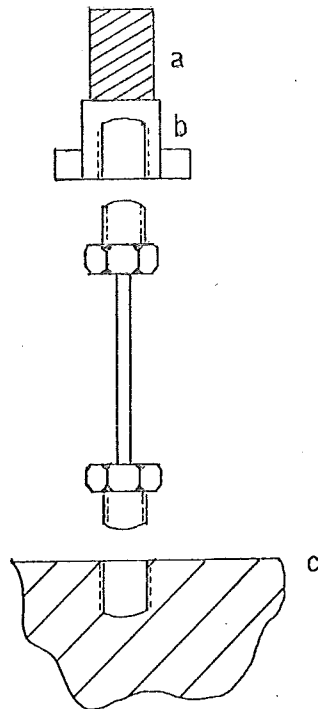
Samenvattend kan men stellen dat hoogten van  $P_a$  en  $P_b$  bepaald worden door verschillende factoren o.a.:

- a. Soort van de opgeloste vreemde atomen
- b. De hoeveelheid opgeloste vreemde atomen
- c. De soort van plastische deformatie
- d. De mate van plastische deformatie
- e. De voorbehandeling van het preparaat, waaronder uitgloeien.



A, IV, Meetmethode

Voor het meten van de demping moet een staafje in trilling gebracht worden. Hiervoor was een apparaat beschikbaar, dat ook door Sonneveld [16] is gebruikt, zie ook AV. Daarmee is het mogelijk om het staafje zowel in een torsie- als een buigingstrilling te brengen. Daar het staafje in verticale positie staat en het zwaartepunt dus boven het bevestigingspunt ligt, zijn de afmetingen van het staafje aan beperkingen onderhevig. Aan de staafjes, die een lengte hadden van 30 mm en diameter van 1,5 mm werden twee boutjes gesoldeerd, zie fig. 4. De boutjes dienden voor de bevestiging van het



figuur 4.

Proefstaafje met

a: magneetje

b: magneethouder

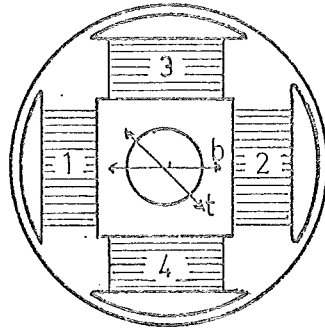
c: apparaat

staafje in het apparaat en voor de bevestiging van een magneetje. Dit magneetje is gemagnetiseerd in een richting loodrecht op de as van de proefstaaf en bevindt zich tijdens de proef in een spoelenhuis. In dit spoelenhuis kan men m.b.v. excitatiespoelen een wisselend magnetisch veld opwekken, het excitatieveld.

De magneet zal de veranderingen van het veld gaan volgen en dit geeft een inductiesignaal in de indicatiespoelen. Met dit signaal kan men aan de trilling die het magneetje, dus ook het proefstaafje, uitvoert metingen verrichten. Door het indicatiesignaal versterkt aan de excitatiespoelen terug te voeren, kan rondkoppeling ontstaan, waarbij het systeem in resonantie raakt. De staaf trilt dan met de eigenfrequentie van het systeem.



Om het systeem in torsietrilling te brengen, worden de spoelen 1 en 2, parallel geschakeld, voor de excitatie gebruikt. De in serie geschakelde spoelen 3 en 4 dienen dan voor de indicatie. Voor een optimale trillingswijze moet



figuur 5.

Het spoelenhuis.

t: torsie

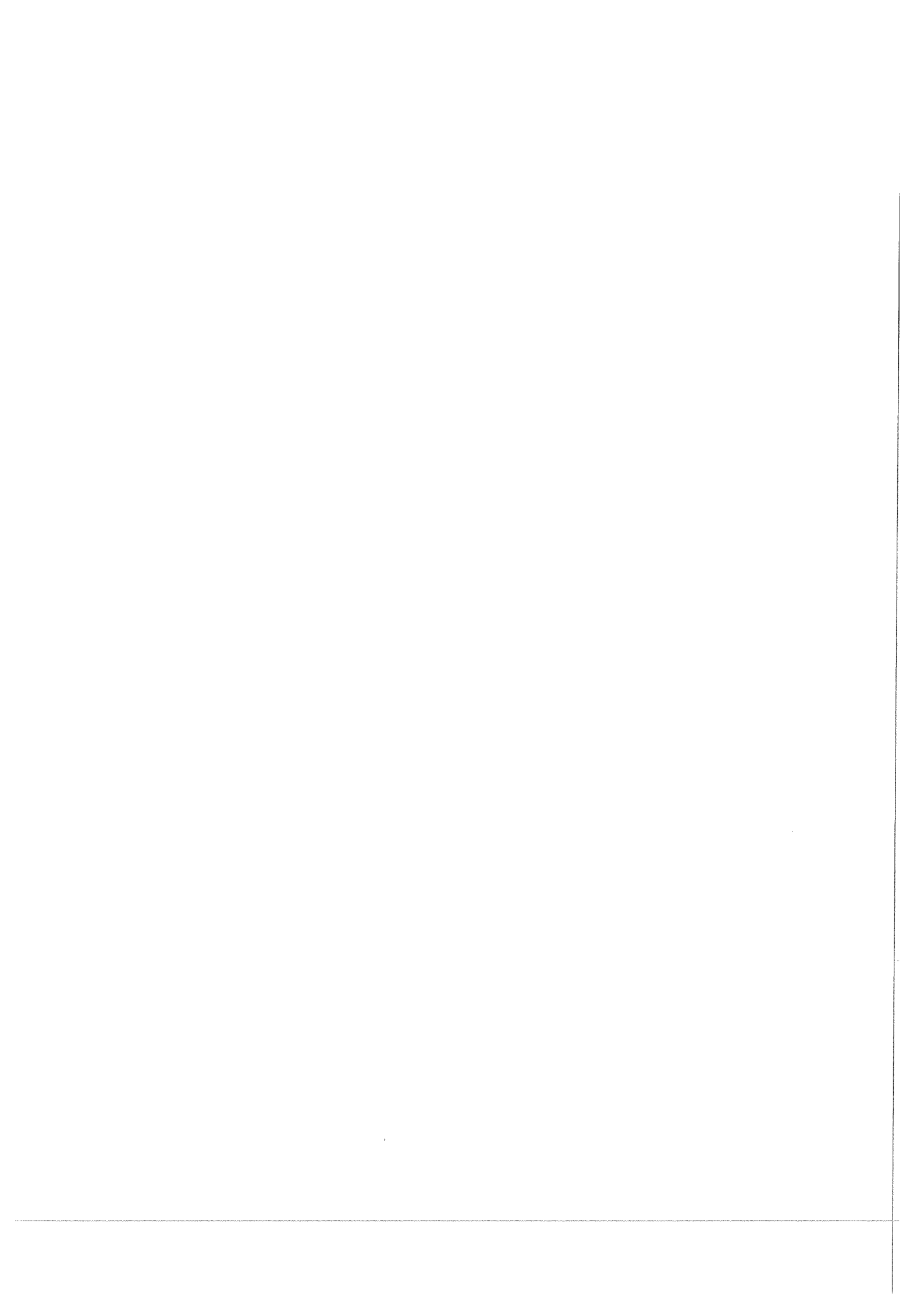
b: buiging

de richting van de magnetisatie van de magneet een hoek van  $45^{\circ}$  maken met assen van spoelen.

Voor de buigingstrilling worden alleen de spoelen 1 en 2 gebruikt. Spoel 1 dient voor excitatie, spoel 2 voor de indicatie. De richting van de magnetisatie moet dan samenvallen met de assen van spoelen 1 en 2. Voor het meten van de inwendige demping wordt het excitatie signaal onderbroken. Vervolgens wordt de tijd gemeten, waarin het indicatiesignaal met een factor  $e$  afneemt. Uit deze tijd,  $t$ , is dan de demping te berekenen volgens:

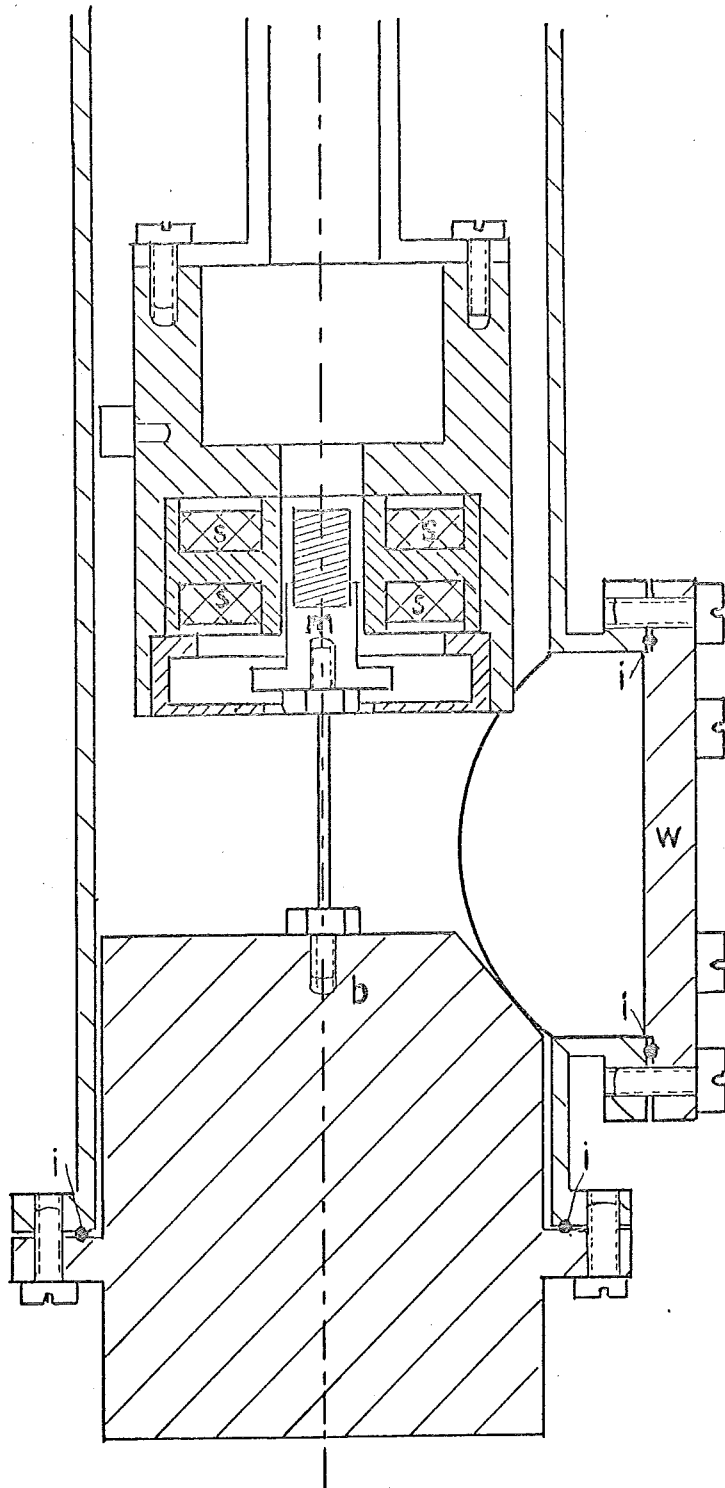
$$Q^{-1} = \frac{p}{\pi t} = (\pi f t)^{-1} \quad (1)$$

waarin  $f$  de frequentie en  $p$  de periodetijd is.



A.V.Meetopstelling

Het gebruikte apparaat is op ware grootte weergegeven in fig. 6. De schacht, de bodem en het deksel van het spoelenhuis zijn vervaardigd van messing, het



figuur 6.

Het apparaat

b: messing bodem

i: indiumring

m: magneetje

s: spoelen

w: werkvenster

spoelenhuis en de kern van de spoelen van isolatiemateriaal. De schacht kan met een vacuumpomp luchtledig gezogen worden (tot 0,1 torr). Dit is behalve voor het verminderen van de luchtweerstand vooral gedaan om ijsvorming te

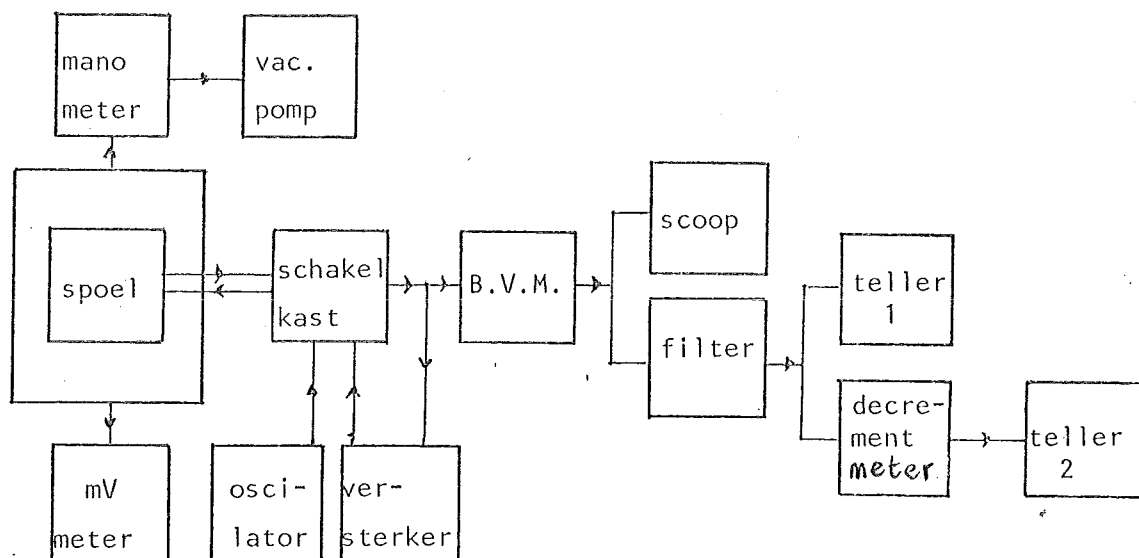




voorkomen wanneer het apparaat afgekoeld wordt naar lage temperaturen. Voor een goede afsluiting wordt er indium aangebracht tussen de schacht en de bodem, resp. werkdeksel. Indium is een makkelijk vervormbaar metaal en heeft de eigenschap dat het ook bij 77 K nog elastisch is, in tegenstelling met bijv. rubber.

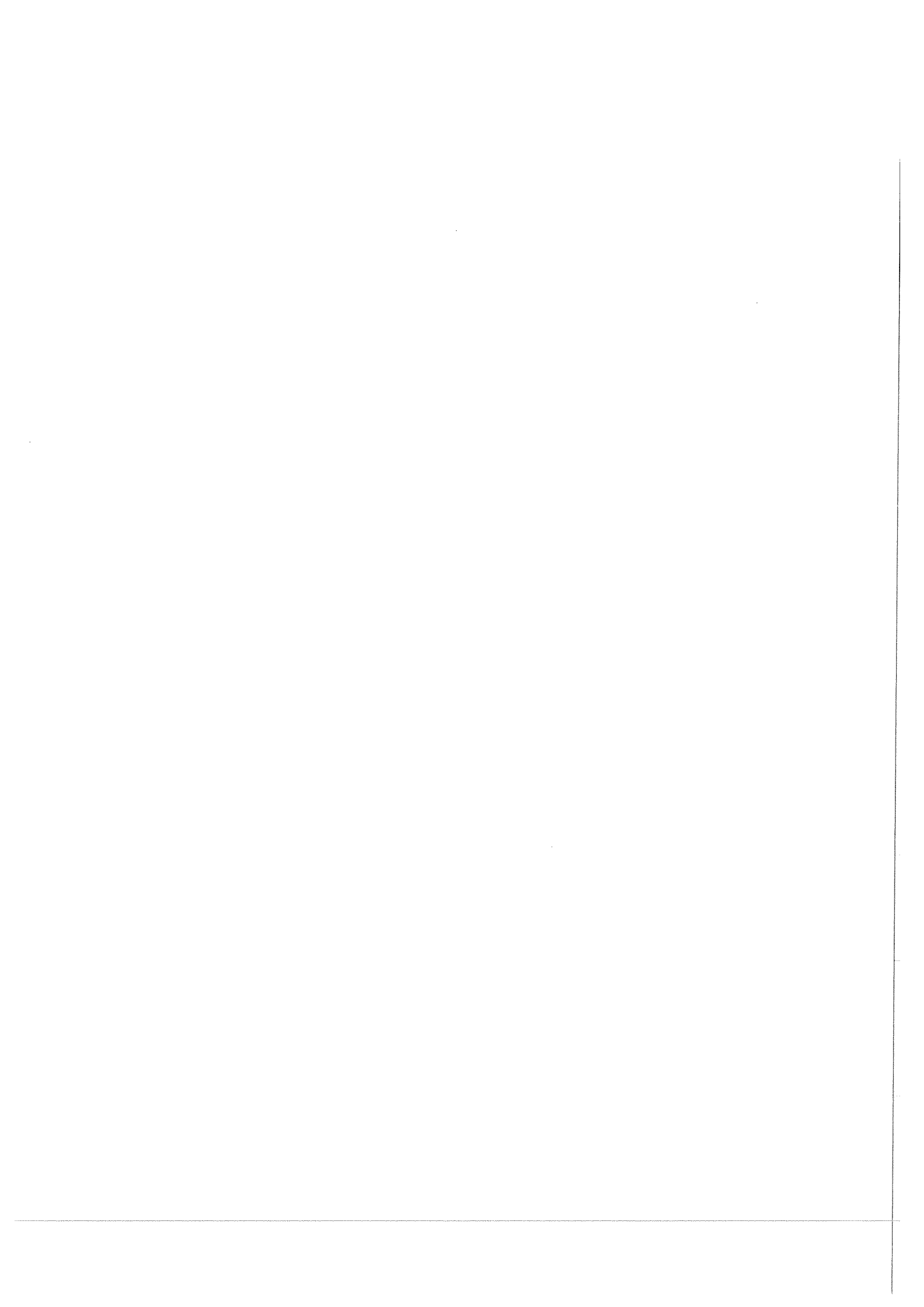
Voor het afkoelen naar 77 K kan het apparaat in een dewarvat met vloeibare stikstof geplaatst worden. Bij het opwarmen van 77 K naar 300 K (in ongeveer 2½ uur) kan met een thermokoppel, dat aan de bodem van het apparaat bevestigd is, de temperatuur van de proefstaaf bepaald worden. Het thermokoppel is van het type koper-konstantaan en werd verbonden met <sup>een</sup> Knick millivoltmeter. Voor de metingen werd de volgende schakeling gebruikt.

figuur 7: Schema van de schakeling

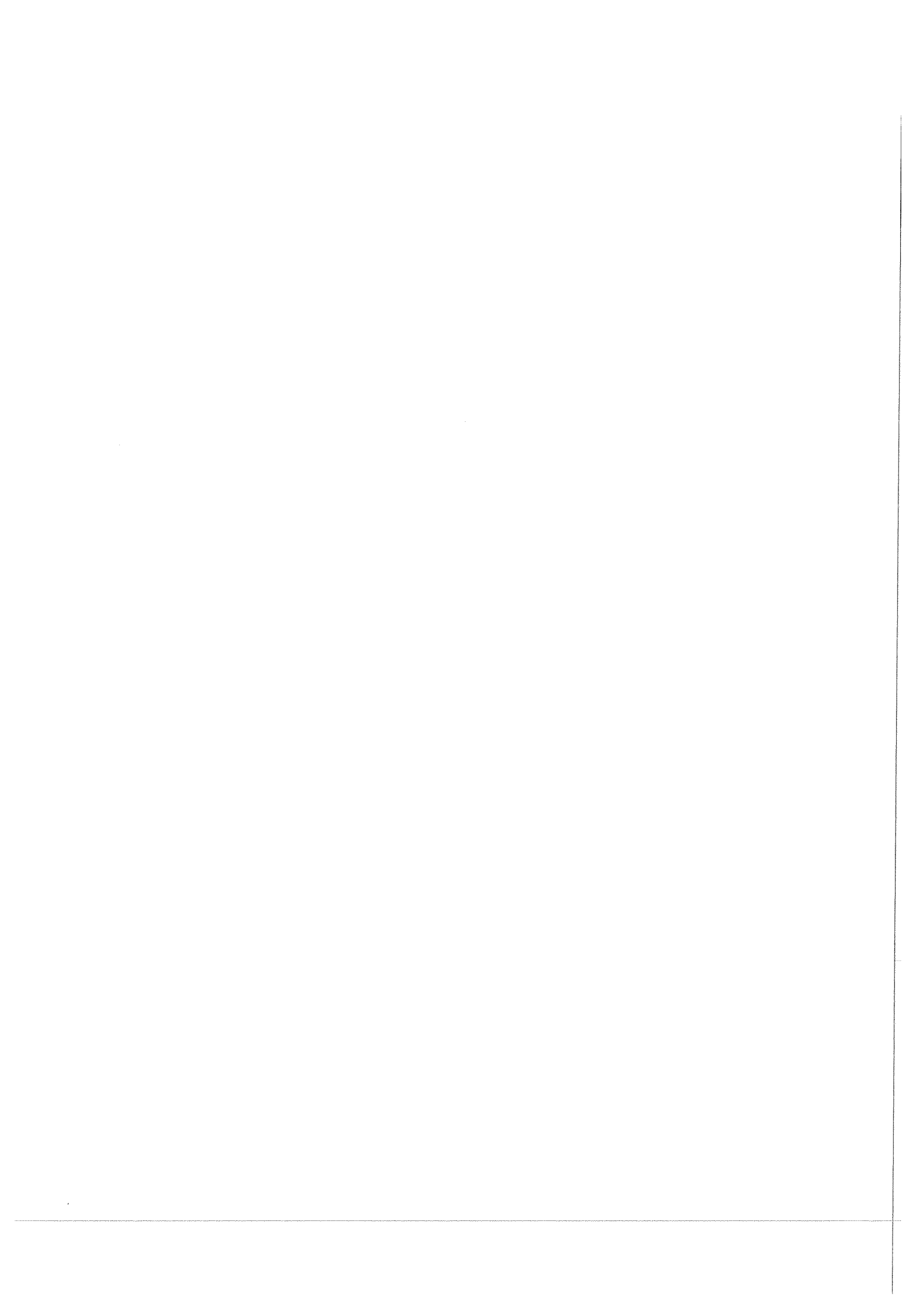


Het signaal van de indicatiespoel(en) wordt via een schakelkastje en een versterker gedeeltelijk teruggevoerd naar de excitatiespoel(en). Het schakelkastje dient ervoor om de spoelen zo te kunnen schakelen dat zowel torsie- als buigingstrilling mogelijk is. Tevens wordt het gebruikt om voor het meten van de demping het excitatiesignaal te onderbreken.

Men kan i.p.v. een terugkoppeling ook gebruik maken van een sinusgenerator, ook dit kan m.b.v. het schakelkastje gebeuren. Het indicatiesignaal wordt aan een buisvoltmeter (b.v.m.) toegevoerd, waarmee de grootte bepaald kan worden. Aangezien de inwendige demping een amplitude afhankelijk effect is, moet de vervormingsamplitude kleiner blijven dan  $10^{-5}$ . IJking leerde dat het signaal op de b.v.m. kleiner dan 0,3 mV moet zijn. Bij alle metingen werd



de trillingsamplitude zo geregeld dat het signaal maximaal 0,3 mV was. Het signaal wordt in de b.v.m. versterkt en vervolgens wordt het zichtbaar gemaakt op een scoop. Na gefilterd te zijn wordt het toegevoerd aan een periodeteller en een decrementmeter. Deze decrementmeter is zo ingesteld dat teller 2 de tijd  $t$  meet waarin het signaal met een factor  $e$  afneemt. De periodetijd,  $p$ , en de tijd,  $t$ , leveren via (1) dan de demping.



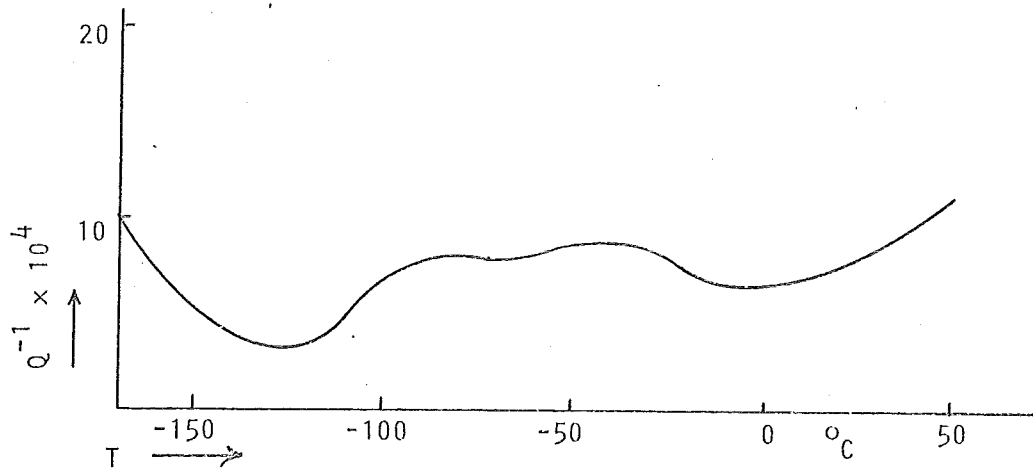
#### A.VI. Preparaten

Voor het onderzoek werden preparaten gebruikt van een koper-aluminium legering. Omdat Koiwa [9] een optimale piekverhoging vond bij een toevoeging van 0,13 at% tot 0,18 at% aluminium, is gekozen voor een samenstelling van Cu (99,99%) + 0,15 at% Al (99,9%).

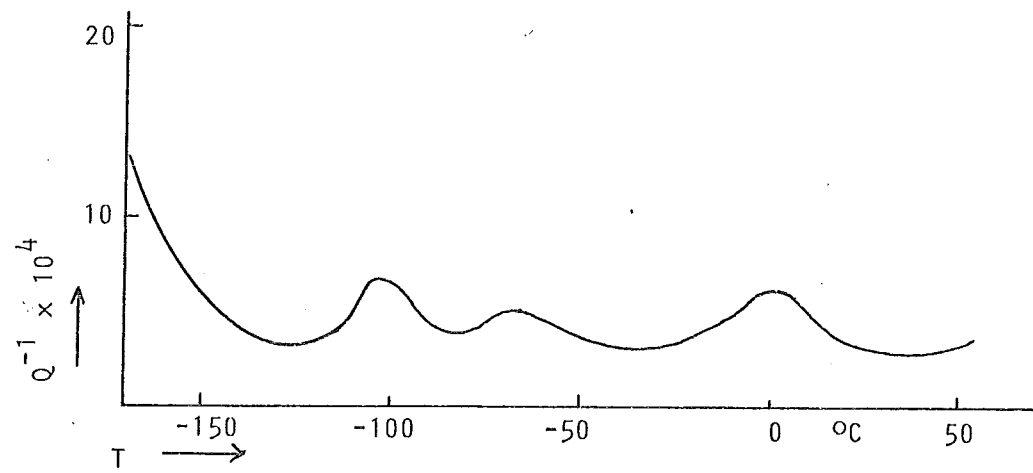
Bij een eerste analyse, voorafgaand aan de metingen bleek het atoompercentage opgeloste Aluminium  $0,15 \pm 0,005$  te bedragen. Bij een analyse na beëindiging van de metingen werd 0,16 at% Al gevonden. In beide gevallen lag het percentage binnen het door Koiwa opgegeven gebied.

Het materiaal werd tot draad getrokken van 1,5 mm diameter. Daarna werden er proefstaafjes van gemaakt met een meetlengte van 25 mm. Het uitgloeien van de staafjes gebeurde tijdens het vast solderen van de koperen bouten. Voor het soldeerproces van elk boutje werd het staafje een kwartier lang in een vacuüm klok ( $2 \cdot 10^{-5}$  torr) op  $700^{\circ}\text{C}$  gehouden.

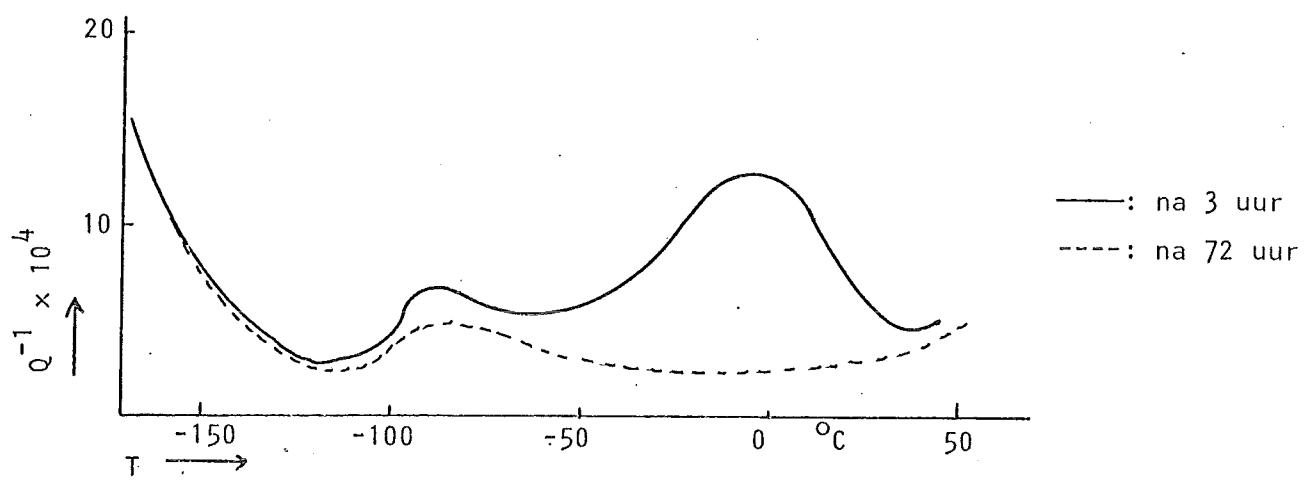
Het deformeren van deze staafjes gebeurde meestal bij 300 K, kort voor de meting. Het rekken en het torderen vonden plaats in het apparaat. Het geheel werd daarna binnen een half uur naar 77 K gebracht. De staafjes die getrokken moesten worden, van 1,5 naar 1,35 mm diameter, werden eerst uitgloeid in een vacuümoven gedurende 2 uur bij  $500^{\circ}\text{C}$ , daarna getrokken en tenslotte met tweekomponentenlijm in de boutjes gelijmd. In een later stadium werden de boutjes geklemd in speciaal vervaardigde inklembouten. Deze staafjes behoefden niet binnen een half uur na het trekken op 77 K te zijn, want Koiwa [9] vond geen verschil in demping als het staafje 35 dagen bij kamertemperatuur was bewaard.



figuur 8a. Dempingskromme na 25% rek.



figuur 8b. Dempingskromme na 100% torsie bij 77 K.



figuur 8c: Dempingskromme na 100% torsie bij 300 K.

## A.VII. Meetresultaten

De meetresultaten worden opgesplitst naar soort van plastische deformatie.

### A.VI.1. Metingen bij de torsietrilling

#### A.VII.1.1. *Rek*

De rek is in stappen van 5% aangebracht tot breuk (bij ongeveer 45%). Er zijn staafjes zowel 9 keer 5% gerekt als ook bijv. 30% of 35% in een keer. De gemeten dempingskrommes vertoonden een dal rond  $-120^{\circ}\text{C}$  (153 K) en verder een plateau van  $-100^{\circ}\text{C}$  tot kamertemperatuur. Er zijn geen duidelijke pieken gevonden. Zie ook fig. 8a.

#### A.VII.1.2. *Torsie*

De demping is gemeten met 50, 100 en 150% torsie. Er waren geen significante verschillen tussen de drie metingen. Omdat Koiwa een optimale piek vond voor 96% torsie, zijn er verder metingen gedaan aan staafjes met 100% torsie. Het dempingspatroon bleek nogal af te hangen van de hersteltijd bij kamertemperatuur.

Deformeerde men bij 77 K dan vond men drie pieken resp. bij  $-110$ ,  $-65$  en  $+10^{\circ}\text{C}$ , fig. 8b.

Deformeerde men bij kamertemperatuur en bracht men het staafje naar 77 K dan vond men als dit gebeurde:

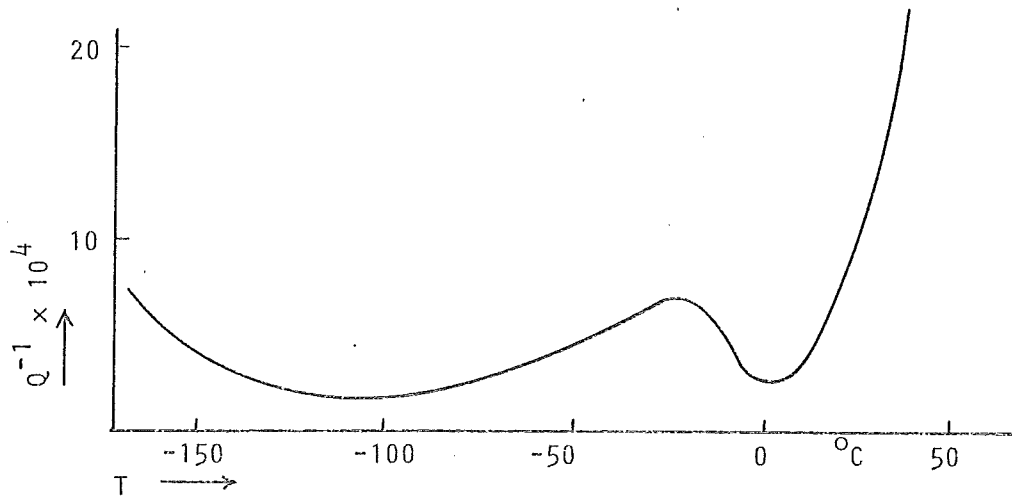
- a. binnen  $\frac{1}{2}$  uur: twee pieken, bij  $-80$  en  $+10^{\circ}\text{C}$ , fig. 8c.
- b. na 3 uur : twee pieken ( $-80$  en  $+10^{\circ}\text{C}$ ), laatste piek was minder hoog dan onder a.
- c. na 24 uur : één piek:  $-80^{\circ}\text{C}$ .
- d. na 72 uur : één piek bij  $-80^{\circ}\text{C}$ , minder hoog als onder c, fig. 8c.

Verwarmt men het staafje gedurende een half uur op  $100^{\circ}\text{C}$  dan zijn na afkoeling alle pieken verdwenen.

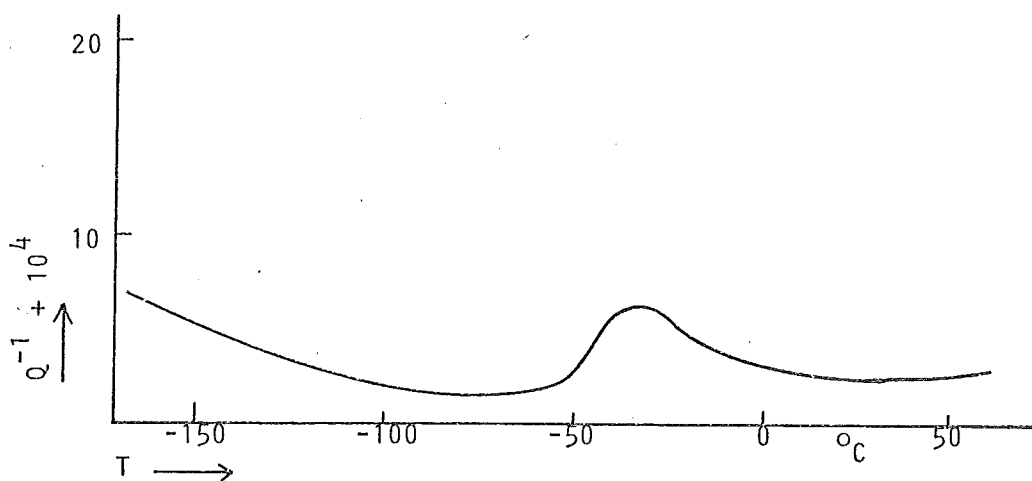
#### A.VII.1.3. *Trekken*

Het trekken gebeurde na het uitgloeien. Door trekstenen werd de diameter verminderd van 1,50 tot 1,35 mm. Dit komt, omgerekend naar rek, overeen met een vervormingspercentage van 20%, een percentage waar ook Hasiguti zijn metingen mee verrichtte. Het was niet mogelijk de staafjes daarna te solderen omdat dit meteen uitgloeien zou betekenen. De staaf werd daarom gelijmd.

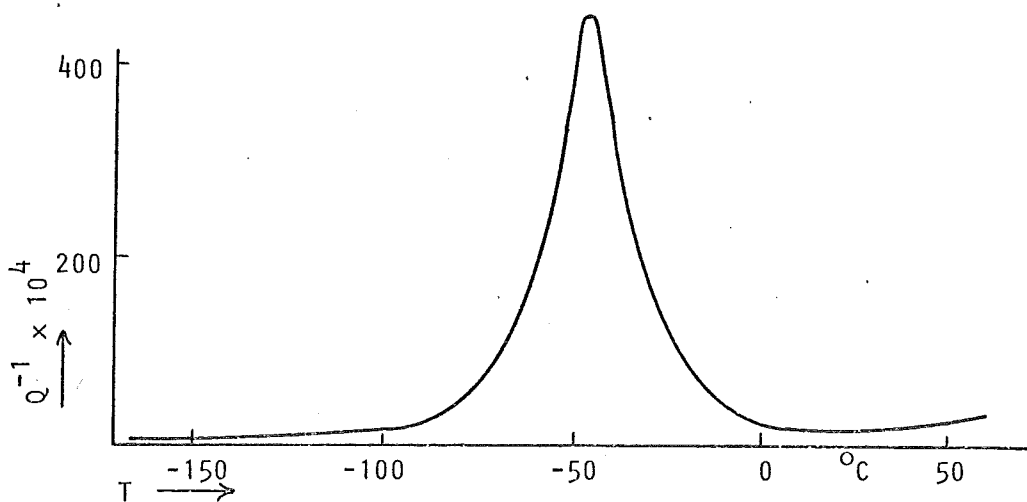
De metingen toonden een piekje rond  $-25^{\circ}\text{C}$ , zie fig. 9a. De metingen waren



figuur 9a. Dempingskromme van gelijkd, getrokken preparaat.



figuur 9b. Dempingskromme van geklemd, getrokken preparaat.



figuur 10. Dempingskromme van getrokken preparaat volgens Koiwa e.a. [9]



slecht reproduceerbaar en ook de gevonden piektemperatuur kon variëren van  $-50$  tot  $0^{\circ}\text{C}$ . Tevens werd er een grote demping,  $Q^{-1} \approx 230 \cdot 10^{-4}$ , waargenomen bij temperaturen boven  $30^{\circ}\text{C}$ . Dit dempingsplateau werd toegeschreven aan demping van de gebruikte lijm. Latere metingen hebben deze aanname bevestigd, fig. 9b. Om voornoemde reden is er daarna niet meer met gelijkde staafjes gemeten, maar met ingeklemde staafjes. Om meer gegevens over dit piekje bij  $-25^{\circ}\text{C}$  te krijgen werd ook aan zuiver koper gemeten. Ook deze metingen waren slecht reproduceerbaar, hoewel echter de hoogte van het piekje gemiddeld hoger was van bij CuAl.

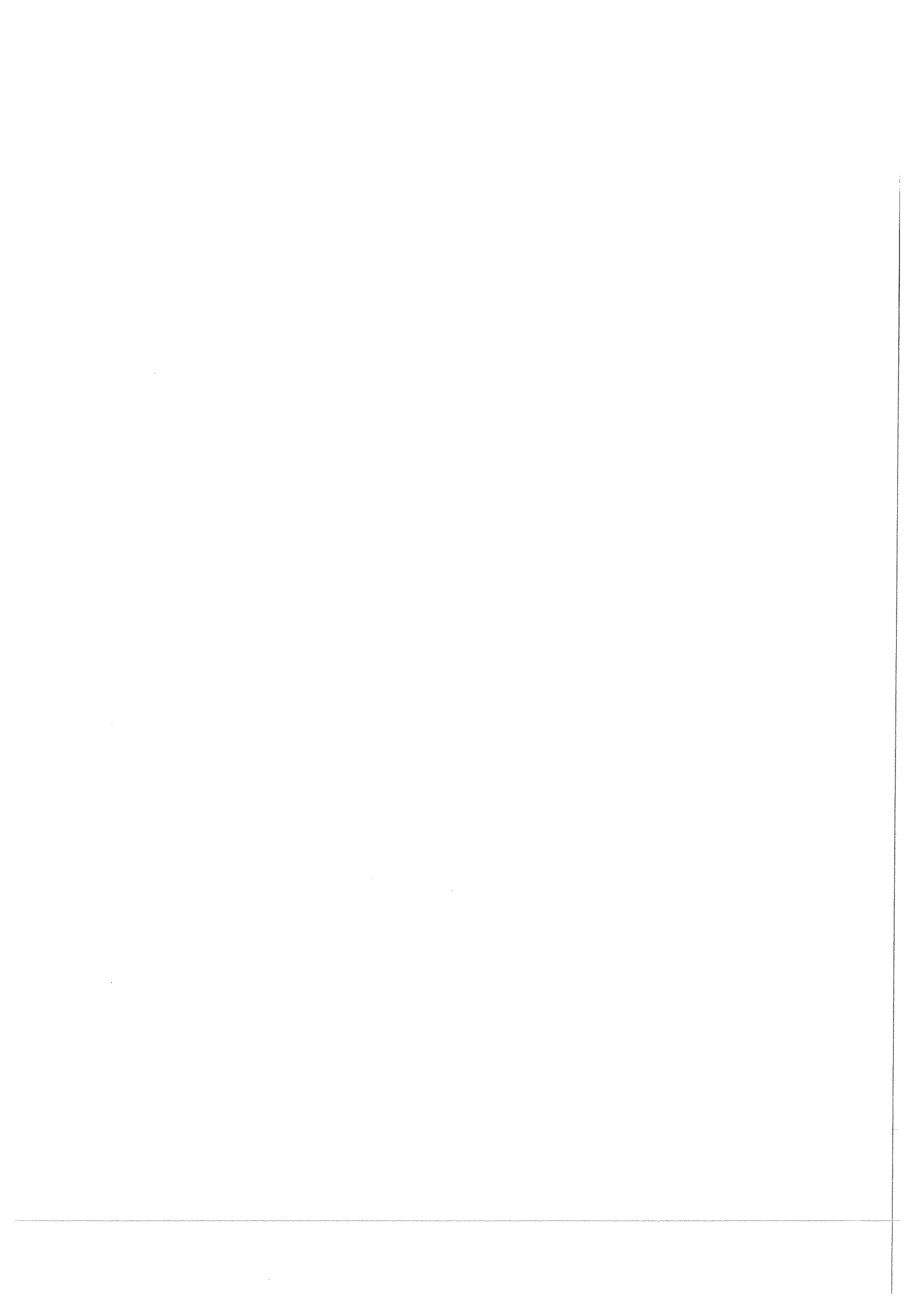
#### A.VII.2. Metingen bij buigingstrilling

Er zijn bij de verschillende deformaties ook metingen gedaan bij buigingsstrilling. De resultaten hiervan waren nihil, d.w.z. geen duidelijke pieken en slecht reproduceerbaar. Tevens is er geen vergelijkingsliteratuur beschikbaar.

#### A.VII.3. Metingen van de temperatuurverschil over het proefstaafje

Laat men de temperatuur van de bodem van het apparaat veranderen, dan blijft de temperatuur van het spoelenhuis achter op de verandering. Hierdoor bevindt de bovenkant van het staafje zich in een omgeving met andere temperatuur. De warmteoverdracht tussen staafje en spoelenhuis gebeurt alleen door straling. Om een beeld te krijgen van het temperatuurverschil over een staafje is dat verschil eens gemeten m.b.v. thermokoppels die op het staafje bevestigd werden.

Tijdens het opwarmen van het staafje van  $77\text{ K}$  naar  $300\text{ K}$  in  $2\frac{1}{2}$  uur, werd er een maximaal temperatuurverschil van  $8\text{ K}$  gemeten. Ook Sonneveld [16] maakte al melding van dit effect.

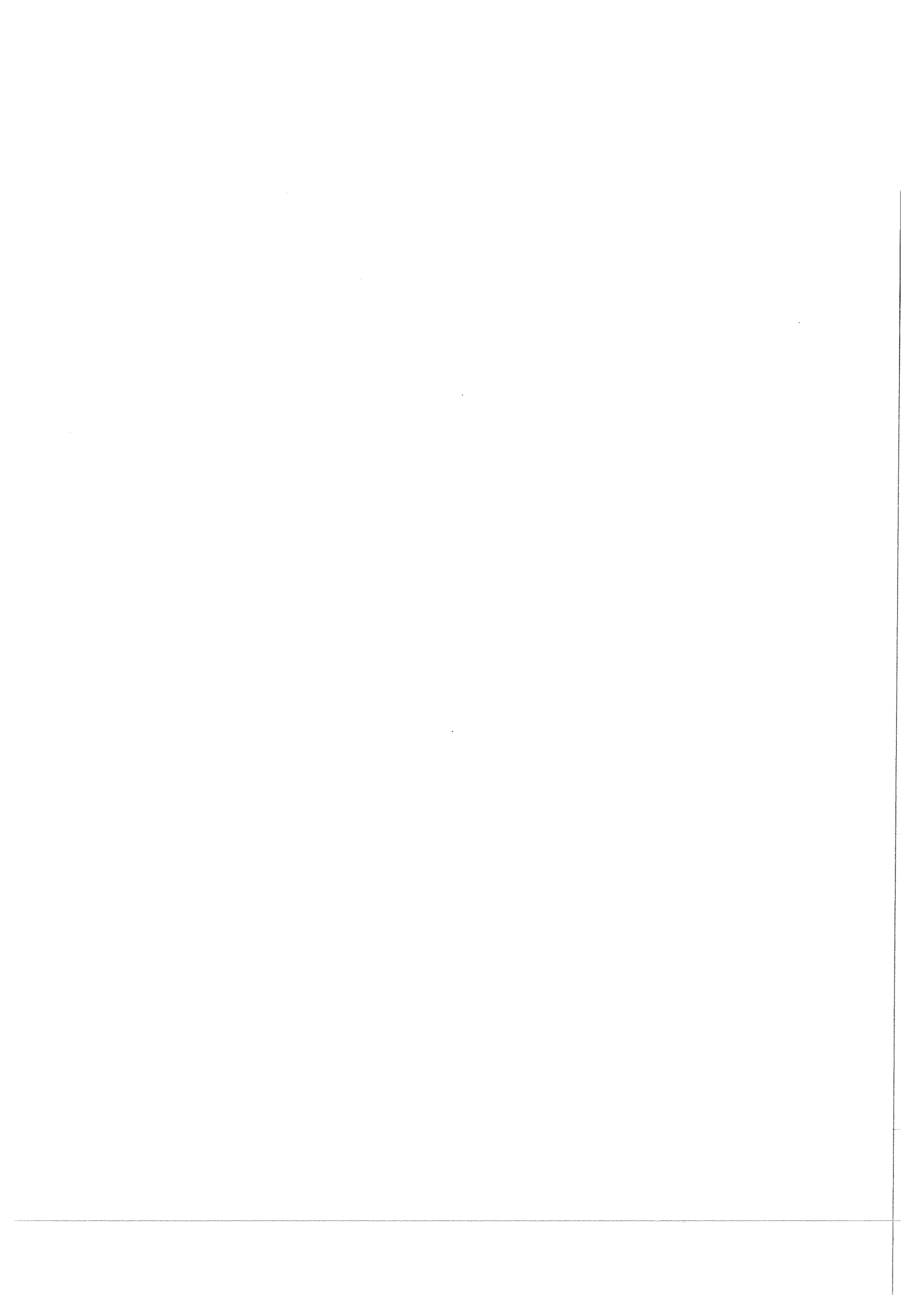


### A.VIII. Bespreking van de resultaten

De resultaten gevonden bij het rekken komen overeen met wat Koiwa [9] vond, n.l. een dempingsplateau van  $-120^{\circ}\text{C}$  tot kamertemperatuur. De metingen van de getrokken staafjes zijn zo slecht dat daaruit geen konklusies kunnen worden getrokken. Alleen de torsiemetingen geven enigszins resultaten welke vergelijkbaar zijn met uit literatuur [7] bekende waarden. De metingen zijn echter niet bij dezelfde frequentie verricht. Met de waarden voor de activeringsenergie van de pieken in zuiver koper resp. 0,27, 0,3 en 0,4 eV voor  $P_1$ ,  $P_2$  en  $P_3$  kan men de temperaturen berekenen waarbij de pieken liggen bij een frequentie van ca. 300 Hz. Dit blijkt dan resp.  $-90$ ,  $-50$  en  $+30^{\circ}\text{C}$  te zijn, met een spreiding van ongeveer  $12^{\circ}$ . De hier gevonden temperaturen zijn  $-100$ ,  $-65$  en  $+10^{\circ}\text{C}$ . Deze waarden komen redelijk goed overeen, hetgeen ook gezegd kan worden van het herstelgedrag van de pieken.  $P_2$  verdwijnt al bij temperaturen boven  $-50^{\circ}\text{C}$ . Voor  $P_1$  en  $P_3$  treedt thermisch herstel op bij kamertemperatuur, voor  $P_3$  sneller dan voor  $P_1$ . Alleen verschuift de  $P_1$  piek tijdens dat herstel naar iets hogere temperatuur. Een duidelijk verschil tussen de metingen met CuAl-legeringen en die met zuiver koper is niet aan te geven. Men vindt in het eerste geval eerder een piekverlaging dan de piekverhoging, welke door Koiwa, zie fig. 10, is waargenomen. Een verklaring hiervoor is niet te geven. Het enige verschil in meetmethode is de frequentie, maar daarvoor kan men corrigeren.

Het onder A.VIII.3 genoemde temperatuurverschil over het staafje kan wel piekverlagend en verbredend werken, maar dan nog zou men pieken moeten kunnen vinden met een  $Q^{-1} \approx 200 \text{ à } 300 \cdot 10^{-4}$ .

Bekijkt men tenslotte nog de frequentie als functie van de temperatuur, dan vindt men een vrijwel lineair verloop. Koiwa vond echter een duidelijke frequentiesprong daar waar een piek optrad.

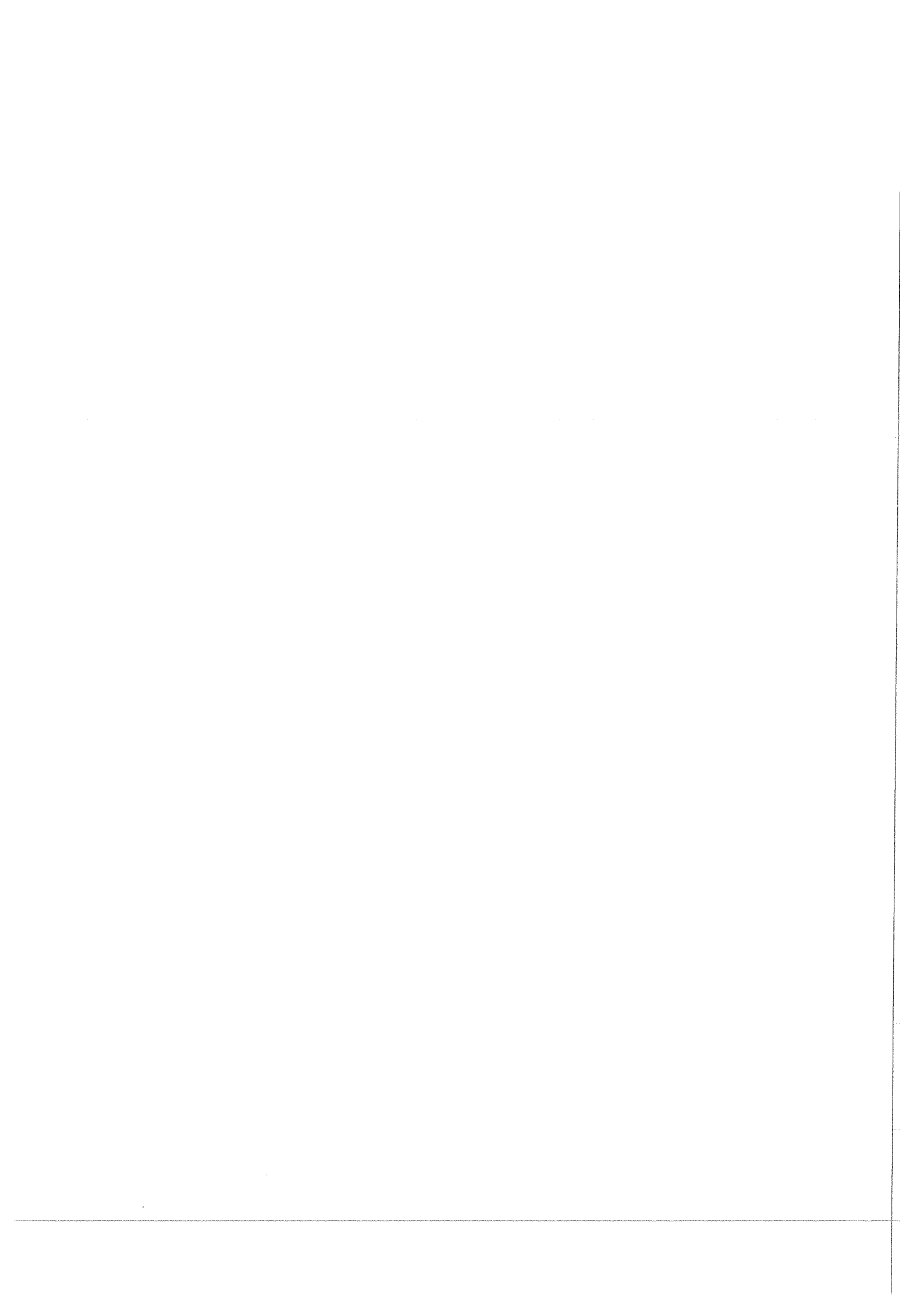


#### A.IX. Konklusies

Dempingspieken met een  $Q^{-1} \approx 500 \cdot 10^{-4}$  zoals Koiwa [9] die beschrijft, zijn niet gevonden. De maximaal gevonden piekhoogte bedraagt  $20 \cdot 10^{-4}$ . Metingen aan zuiver koper vertoonden geen vermeldenswaardige verschillen met de metingen aan Cu + 0,15 at% Al.

Slechts de torsiemetingen zijn goed reproduceerbaar en de resultaten komen goed overeen met eerder gevonden krommes van Koiwa en Hasiguti [7] bij metingen aan zuiver koper.

De eindkonklusie luidt dat er geen verschil is gevonden tussen metingen aan CuAl en zuiver Cu. De verwachting dat Al toevoegingen en extra bijdrage zouden leveren tot de demping is niet door deze experimenten bevestigd.

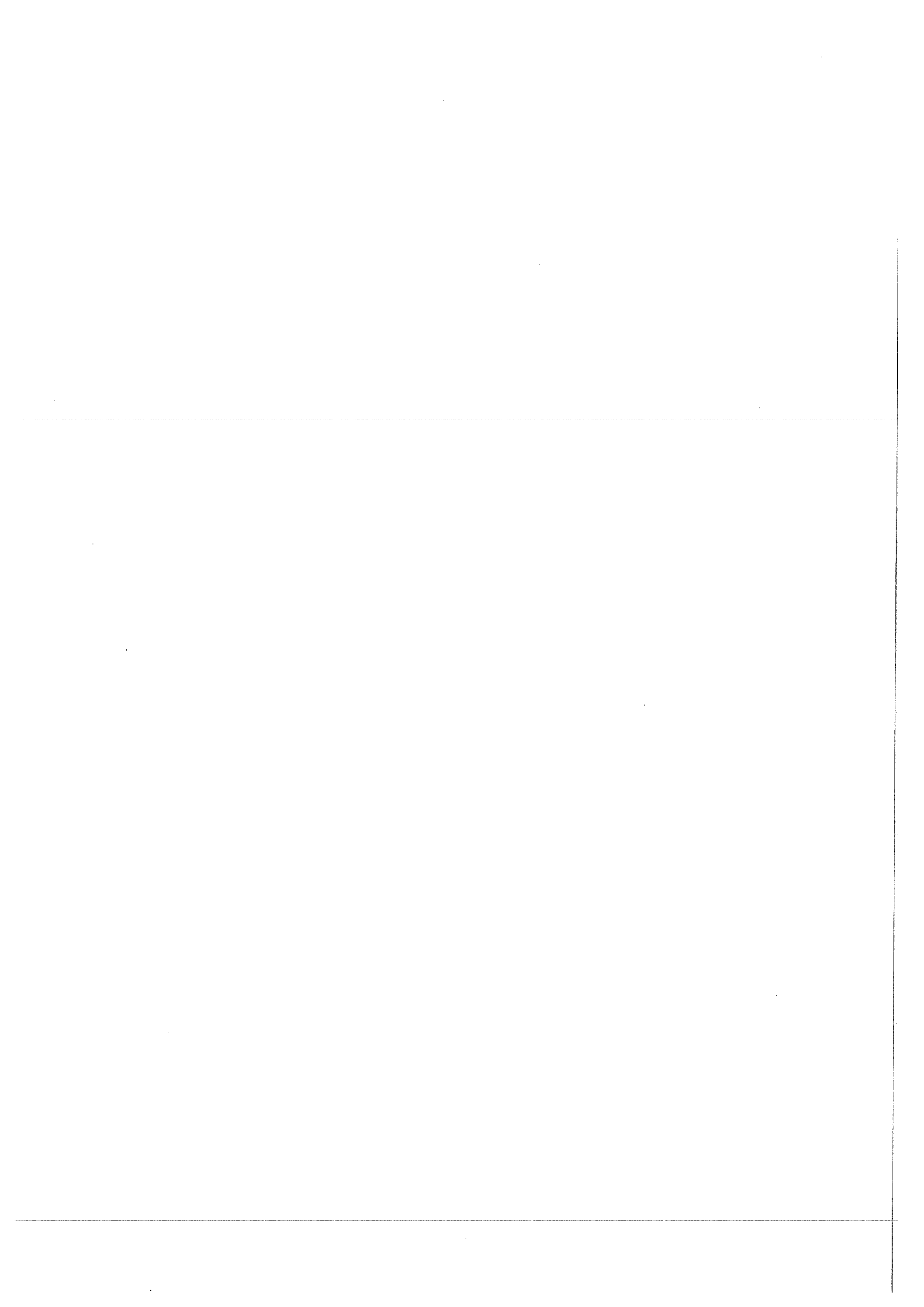


Deel B

B.1. Inleiding

Het hier beschouwde inwendige dempingsverschijnsel staat bekend als de Zener-relaxatie, genoemd naar Zener, die het verschijnsel ontdekte. De demping komt voor in substitutionele legeringen en werd door hem toegeschreven aan het herrangschikken van paren vreemde atomen. Hoewel zijn theorie gebaseerd is op geïsoleerde paren vreemde atomen, moet men om meetbaar grote dempingseffecten te krijgen zodanige samenstellingen kiezen dat men eigenlijk niet meer van geïsoleerde paren kan spreken. Voor  $\text{Au}_3\text{Cu}$  wordt nader bekeken hoe de oriëntatieafhankelijkheid van de Zenerdemping in éénkristallen is.

Het doel van het onderzoek was om verband te kunnen leggen tussen metingen gedaan in buigingstrillingen en te verrichten metingen in torsie-trillingen. De resultaten zullen vergeleken worden met de voorspellingen uit de theorie.

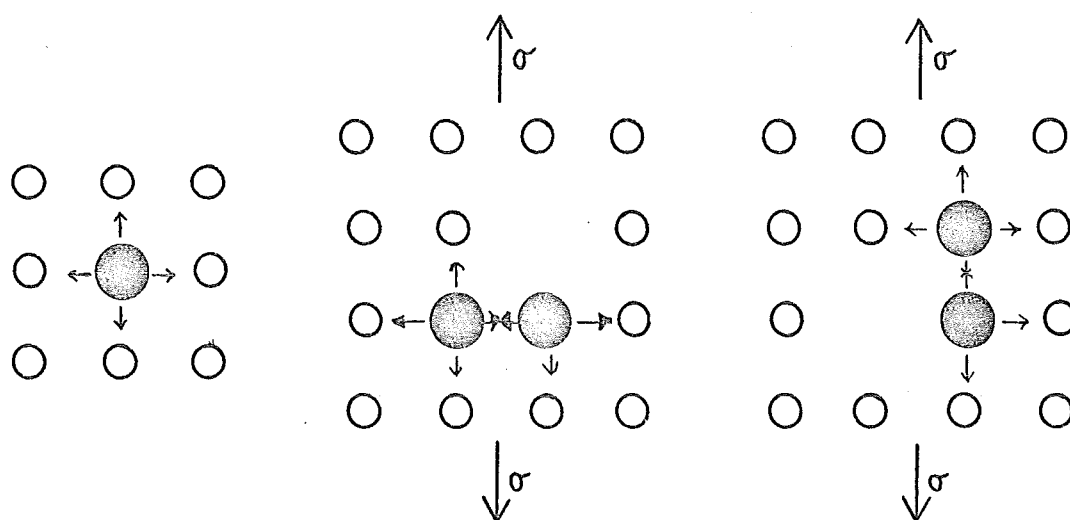




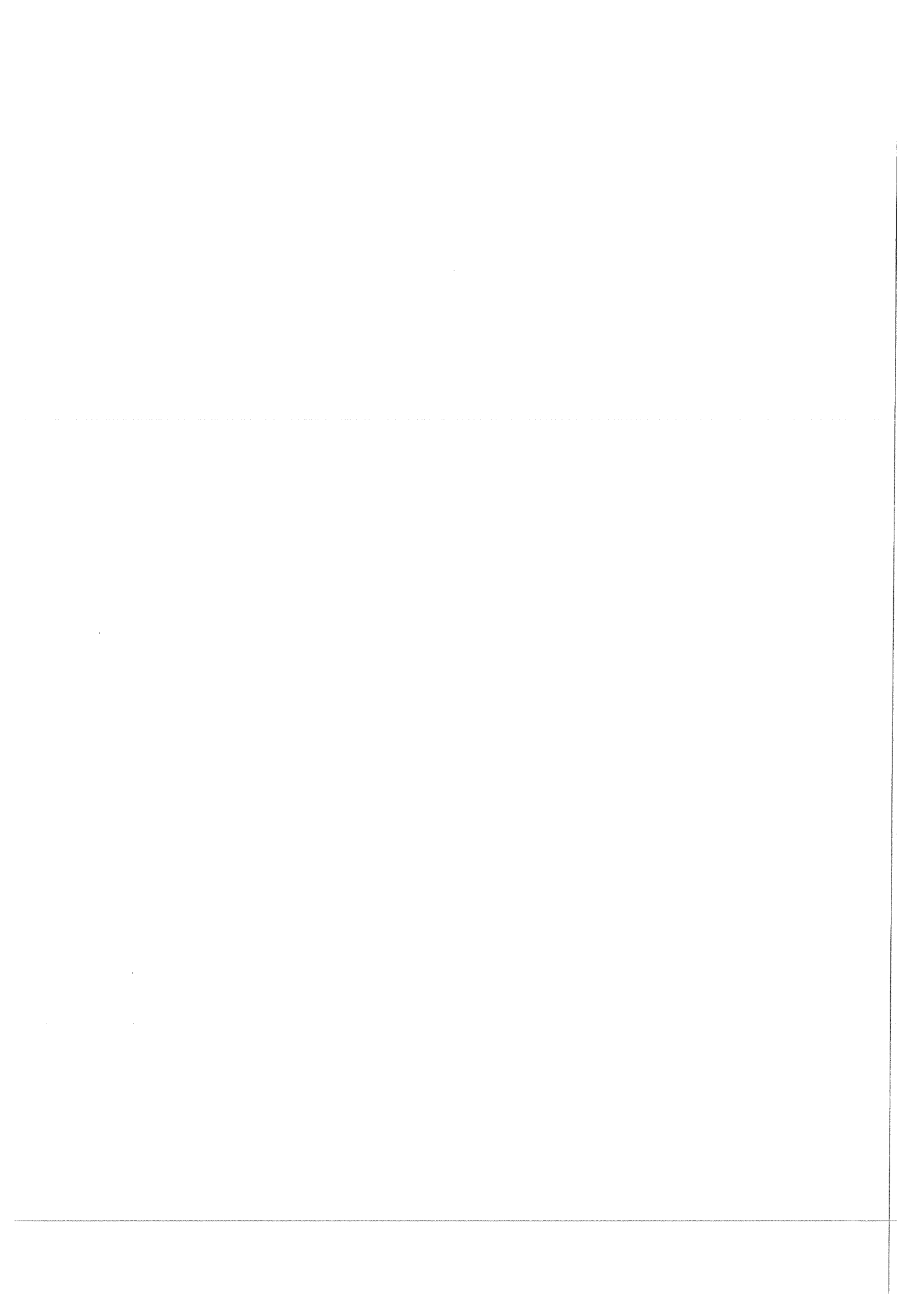
### B.11. Theorie

De demping, die Zener in 1943 ontdekte, doet zich voor in goed uitgegloeid materiaal. Dit in tegenstelling met de demping in deel A, die voorkwam in materialen die plastisch gedeformeerd waren. De Zenerdemping komt niet voor in zuivere metalen, maar in zowel monokristallijne als polykristallijne substitutionele legeringen. Hoe groter het verschil in grootte is tussen de twee atoomsoorten, hoe groter het effect.

Zener [18] veronderstelde dat de demping veroorzaakt werd door het zich herrangschikken van atoomparen, de paarheroriëntatietheorie. Hierin stelde hij twee soorten atomen, A-atomen en een kleine hoeveelheid, bijv. iets te grote B-atomen. Een fractie van deze B-atomen zal in paren voorkomen en in een polykristallijn materiaal zullen deze paar-assen in alle richtingen evenveel voorkomen. Brengt men op het materiaal een trekspanning aan, dan is dat gunstig voor de atoomparen waarvan de as zich in de trekrichting bevindt. De twee te grote B-atomen willen het rooster in de paar-as richting uiteen duwen en worden nu geholpen door de trekspanning. Voor paren met andere as-richtingen is deze trekspanning ongunstig, omdat zij het rooster tegen de dwarscontractie in uiteen moeten duwen. Als er nu een mogelijkheid is voor een ongunstig paar om zich te heroriënteren, dus om ook in de trekrichting te gaan staan, dan zal dit zeker gebeuren. De mogelijkheid kan zich voordoen als zich bij het betreffende atomenpaar een vacature in het rooster bevindt, waardoor het paar kan omklappen (fig. 11).



figuur 11. Paarheroriëntatie



Het heroriënteren van de atoamparen gaat gepaard met een anelastische naderwerking  $\epsilon_{an}$ , zoals ook in hoofdstuk A.II is beschreven. Ook nu wordt in het  $\sigma$ - $\epsilon$  diagram een ellips doorlopen, waarvan de oppervlakte een maat is voor de inwendige demping.

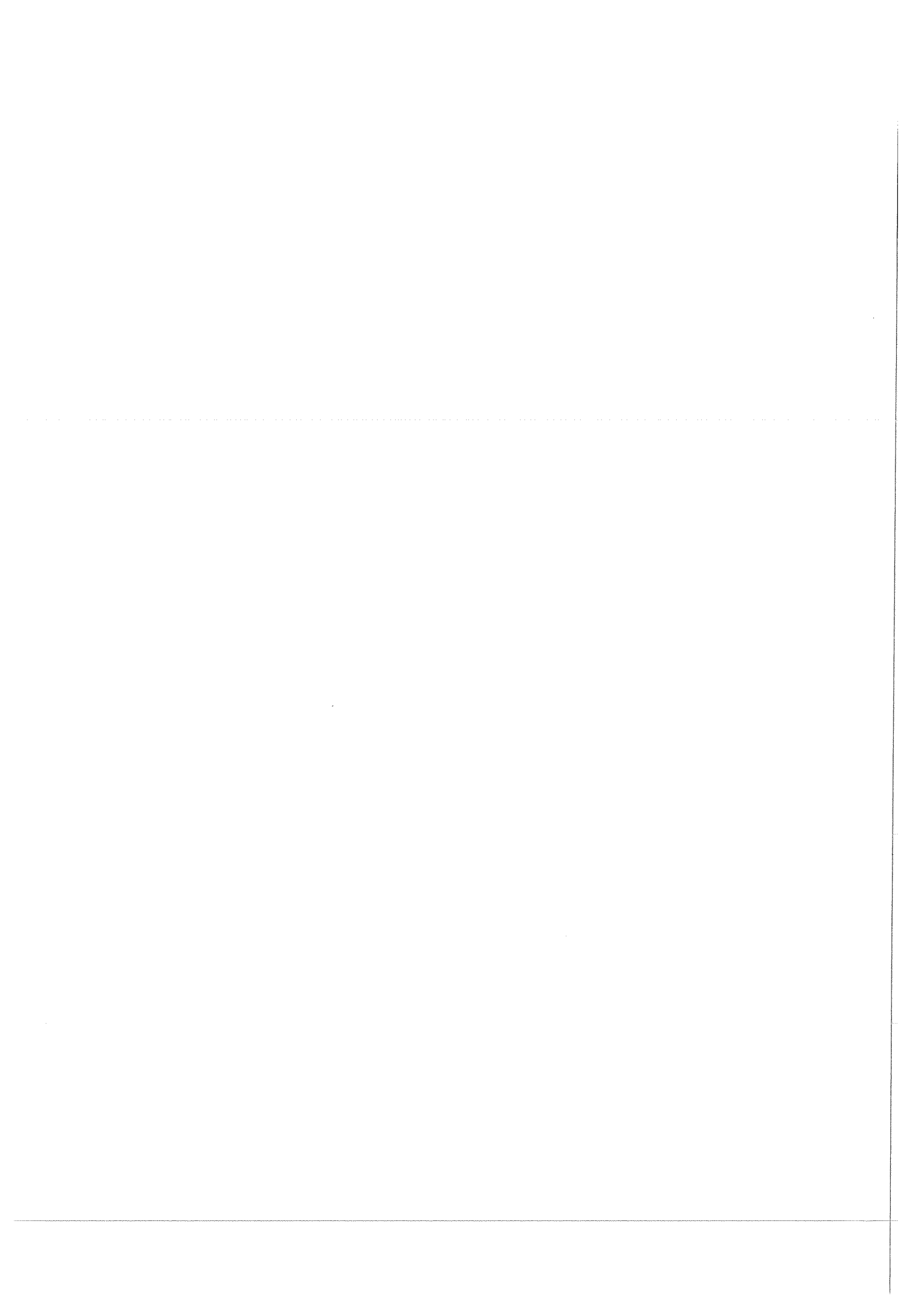
De dempingspiek ontstaat doordat bij lage temperaturen de beweeglijkheid van de atomen klein is en het omklappen nauwelijks toe laat. De  $\epsilon_{an}$  is nog zeer klein als de  $\sigma$  al weer afneemt. Bij hoge temperaturen is de beweeglijkheid zo groot dat  $\epsilon_{an}$  bijna elastisch lijkt en  $\epsilon$  de  $\sigma$  vrijwel direkt kan volgen, dus vrijwel zonder faseverschil. Dus zowel bij lage als bij hoge temperatuur is de demping nihil, terwijl er bij een tussenliggende temperatuur een dempingspiek optreedt.

In eerste instantie stemde de heroriëntatietheorie vrij goed overeen met de verkregen meetresultaten. Recentere metingen deden vermoeden dat de theorie niet afdoende was. Vooral in gekoncentreerde legeringen voldoet het model van de geïsoleerde paren niet. Nieuwe theorieën richtten zich vooral op de verandering van de ordeningstoestand. Le Claire en Lomer [2] veronderstelden dat ten gevolge van een deformatie, de korte afstandsorde verandert. Zij beschouwden in hun theorie, net als Zener, alleen de naaste burenen. In tegenstelling met de theorie van Zener, voorspelden zij bij een hydrostatische druk wel een relaxatie-effect. Experimenteel is dit effect inderdaad aangetoond.

Om van eenkristallen de oriëntatieafhankelijkheid te voorspellen, namen Le Claire en Lomer aan dat de ordeningsenergie alleen afhangt van de afstand tussen de atomen in de betrokken richting. Theorie en experiment stemden echter niet met elkaar overeen. Van Baal [1] heeft enkele veranderingen in de theorie aangebracht, zodat voor f.c.c. kristallen de tegenstrijdigheid is weggenomen. Voor b.c.c. kristallen blijft de tegenstrijdigheid echter bestaan.

Steeds meer groeide daarom de overtuiging dat het beschouwen van naaste burenen met verwaarlozing van hogere orde interacties een te eenvoudige voorstelling geeft van de Zenerdemping. Betreft men echter ook hogere orden interacties in de berekeningen, dan worden deze snel zo ingewikkeld dat ze vaak alleen nog maar numeriek opgelost kunnen worden. Men moet daarom wel weer aanzienlijke vereenvoudigingen toepassen. Een exacte beschrijving van de theorie voor het verschijnsel blijkt dus moeilijk te realiseren.

Het huidige onderzoek richtte zich vooral op de oriëntatieafhankelijkheid van de Zenerdemping, omdat hiervan de theorie en het experiment nog niet met elkaar in overeenstemming waren. Daartoe werd voor verschillende kris-



talrichtingen de dempingspiek gemeten als functie van de soort van periodiek variërende spanning.

Hidden [5] en Polderman [14] voerden deze metingen uit met buigingstrillingen, terwijl daar nu de resultaten van tosietrillingen aan toegevoegd kunnen worden.

De resultaten van de metingen kunnen vervolgens vergeleken worden met de theoretische verwachtingen.



### B.III. Meetprocedure

Uit de afname van de slingeramplitude wordt het logaritmisch decrement  $\delta$  bepaald. Hieruit volgt dan de demping  $Q^{-1}$  volgens

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi} \quad (2)$$

Gewoonlijk zet men grafisch  $Q^{-1}$  uit tegen de reciproke temperatuur. De gevonden dempingspiek is dan symmetrisch om de piektemperatuur  $T_p$ , de temperatuur waar de demping maximaal is. Door gebruik te maken van deze symmetrie kan men  $T_p$  nauwkeurig bepalen. Op de gevonden waarde van  $T_p$  moeten echter nog kleine korrekties worden aangebracht. Omdat de frequentie tijdens de meting verandert meten we niet de zuivere  $Q^{-1}$ . Bij de correctie verschuift  $T_p$  naar een iets hogere waarde. De piekbreedte  $\Delta_m$  is de breedte van de dempingspiek op halve hoogte, daar geldt dus  $Q^{-1} = \frac{1}{2} Q_{\max}^{-1}$ . Theoretisch volgt de piekbreedte uit:

$$\Delta_t = 2,635 k/Q_r \quad (3)$$

waarin  $k$  de konstante van Boltzman is.

Het relaxatieproces bij de Zenerdemping is een thermisch geactiveerd proces. Voor de relaxatietijd  $\tau$ , bij thermisch evenwicht kunnen we dan schrijven:

$$\tau = \tau_0 e^{Q_r/RT} \quad (4)$$

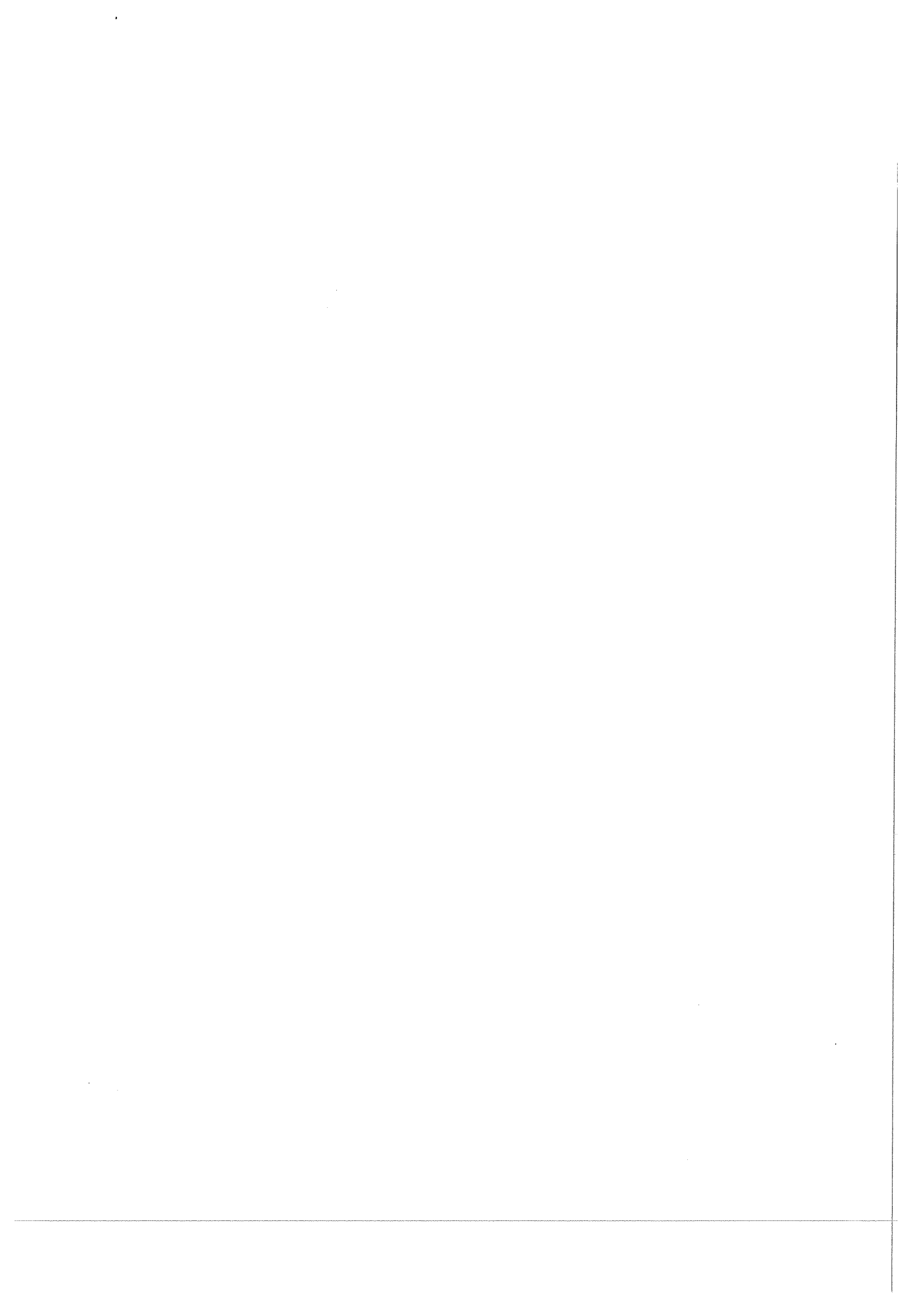
waarin  $Q_r$  de activeringsenergie bij relaxatie voorstelt en  $\tau_0$  de relaxatietijd voor  $T = \infty$ .  $R$  is de gasconstante.

Men kan de demping schrijven als functie van  $\tau$  en de hoekfrequentie  $\omega$ , namelijk

$$Q^{-1} = 2 Q_{\max}^{-1} \frac{\omega\tau}{1+\omega^2\tau^2} \quad (5)$$

Men kan dus ook  $\omega\tau$  uitdrukken in  $Q^{-1}/2 Q_{\max}^{-1}$ , voor verschillende punten van de dempingskromme. Het verband tussen  $\tau$  en  $T$  is een e-macht en door nu uit de numerieke waarden de best aangepaste e-machtsfunctie te bepalen, vindt men de waarden voor  $Q_r$  en  $\tau_0$ .

De verkregen resultaten van de verschillende kristalrichtingen moeten vervolgens met elkaar in verband gebracht worden.





Nowick en Berry [10] schrijven de wet van Hooke als

$$\varepsilon = J^*(\omega)\sigma \quad (6)$$

De compliantie  $J^*$  is complex:  $J^*(\omega) = J_1(\omega) + i J_2(\omega)$ . De relatieve hoeveelheid energie die per periode gedissipeerd wordt, is dan

$$\frac{\Delta W}{W} = 2\pi \frac{J_2}{J_1} = 2\pi \operatorname{tg}\phi = 2\pi Q^{-1} \quad (7)$$

De grootte  $\phi$  ( $\approx \operatorname{tg}\phi$ ) is weer gelijk aan de inwendige demping van het materiaal.

De elementen van de complexe compliantie zijn ook complex

$$s_{ij}^* = s_{ij} + i \bar{s}_{ij} \quad (8)$$

met  $s_{ij}$  het reële en  $\bar{s}_{ij}$  het complexe deel van  $s_{ij}^*$ . Uit de metingen moeten nu de  $s_{11}^*$ ,  $s_{12}^*$  en  $s_{44}^*$  berekend worden.

Volgens Hidden [5] gelden voor de elasticiteitsmodulus  $E$  en de torsie-modulus  $G$  de volgende formules:

$$E^{-1} = s_{11} - 2B \Gamma \quad (9)$$

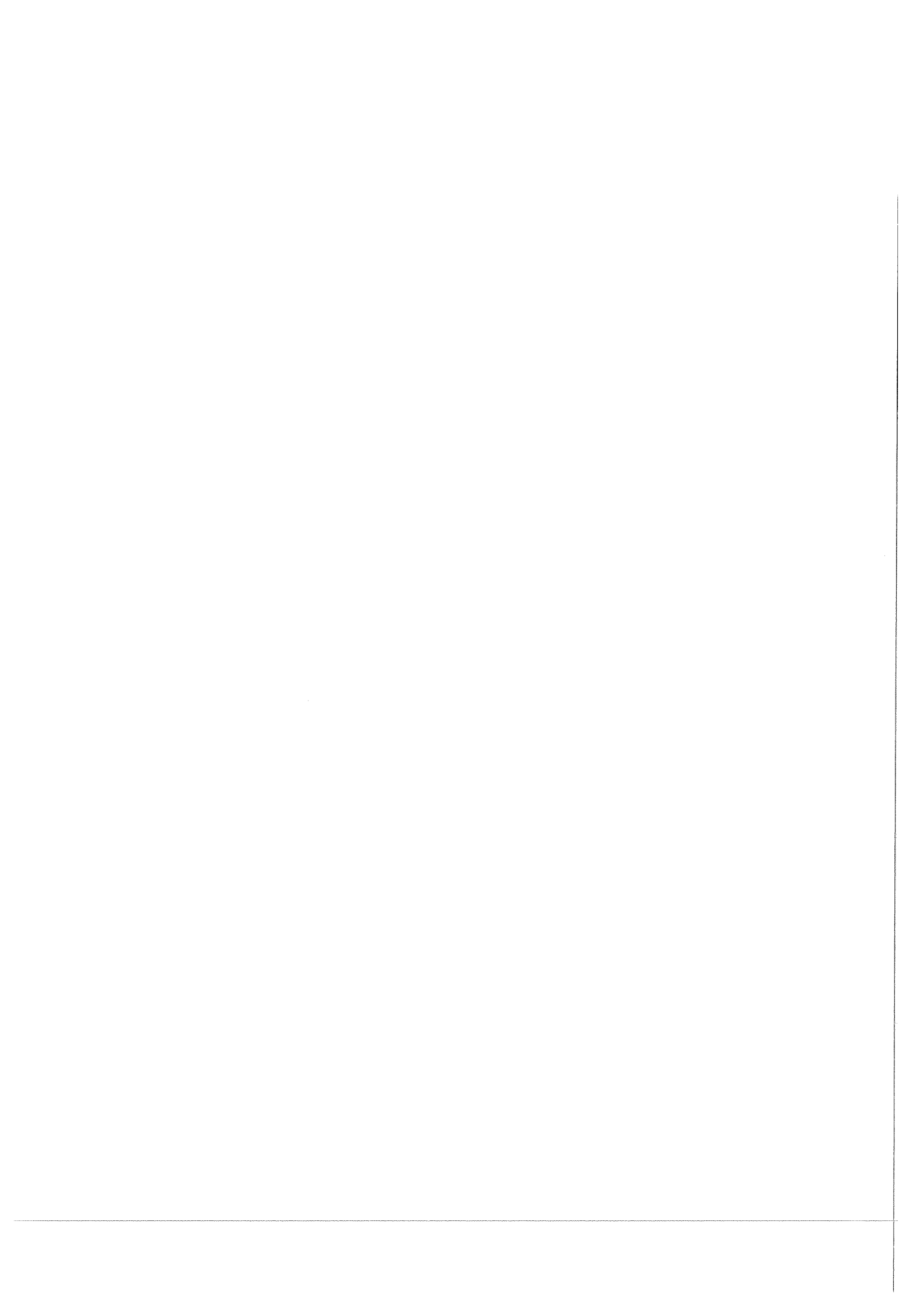
$$\text{en } G^{-1} = s_{44} + 4B \Gamma \quad (10)$$

$$\text{met } B = s_{11} - s_{12} - \frac{1}{2}s_{44} \quad (11)$$

en  $\Gamma = 0$  voor  $\langle 100 \rangle$ ,  $\Gamma = \frac{1}{4}$  voor  $\langle 110 \rangle$  en  $\Gamma = \frac{1}{3}$  voor  $\langle 111 \rangle$ . Voor de verschillende kristalrichtingen worden de  $E$ 's en  $G$ 's dan geschreven als:

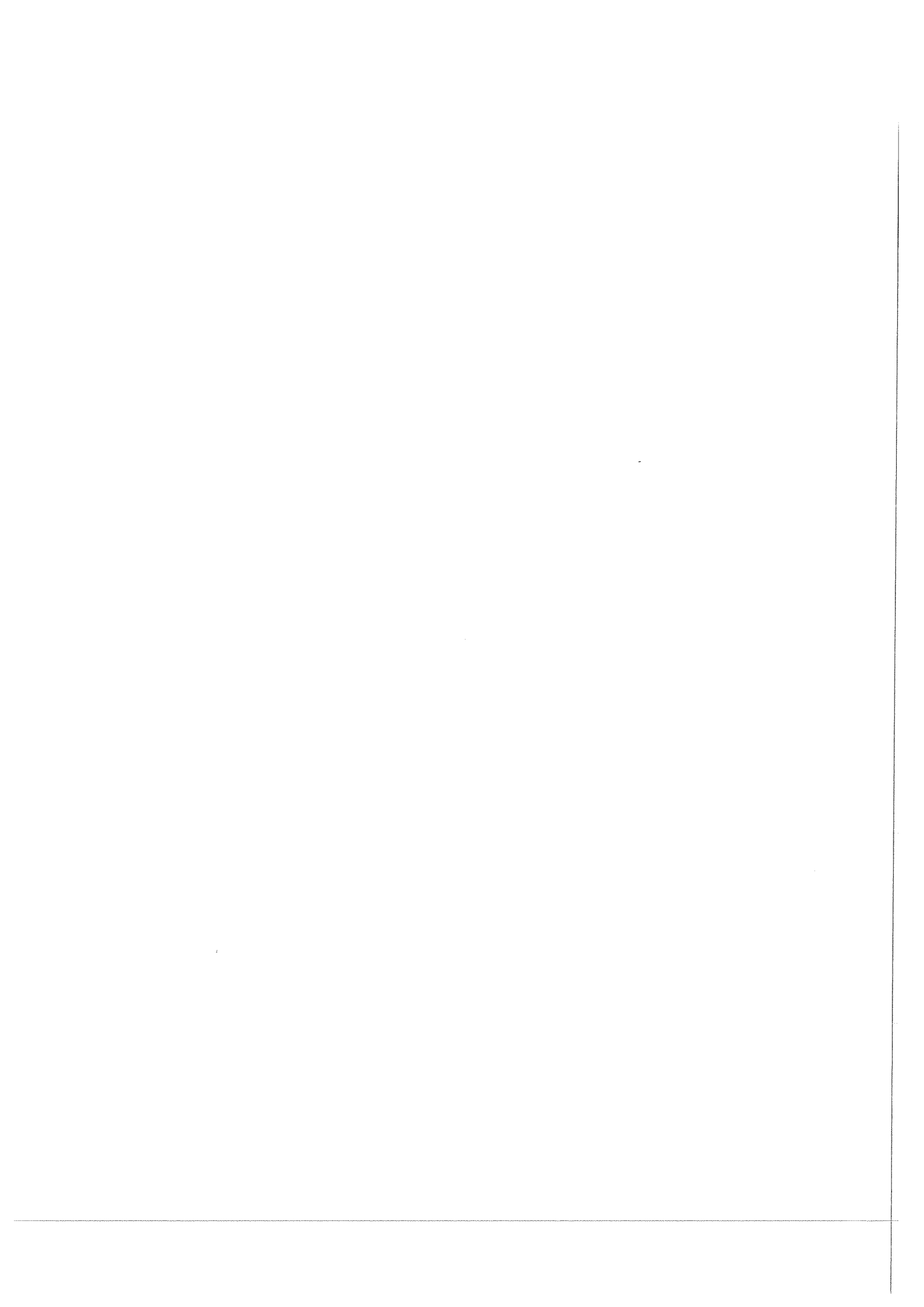
$$\begin{aligned} E_{\langle 100 \rangle}^{-1} &= s_{11} & G_{\langle 100 \rangle}^{-1} &= s_{44} \\ E_{\langle 110 \rangle}^{-1} &= s_{11} - \frac{1}{2}B & G_{\langle 110 \rangle}^{-1} &= s_{44} + B \\ E_{\langle 111 \rangle}^{-1} &= s_{11} - \frac{2}{3}B & G_{\langle 111 \rangle}^{-1} &= s_{44} + \frac{4}{3}B \end{aligned} \quad (12)$$

Hidden meent dat bovenstaande benaderingen goed zijn voor zowel dunne cilindrische staven als voor dunne rechthoekige strips. Voor de  $G_{\langle 110 \rangle}^{-1}$  kan de benadering voor rechthoekige strips in twijfel getrokken worden, omdat het kristal zich in het (110)-vlak anisotroop gedraagt. Voor dit geval zal nader bekeken worden, hoe de  $G^{-1}$  benaderd moet worden.



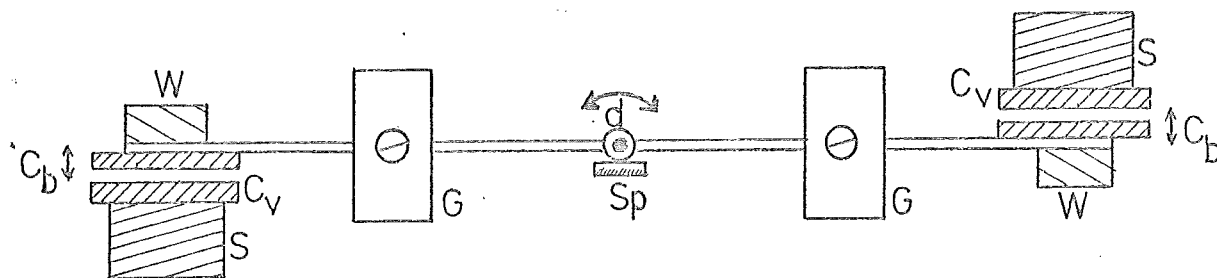
Uit de buigingsmetingen, kunnen alleen  $s_{11}$  en B bepaald worden. Men moet dus ook minstens één torsiemeting doen om uit B de  $s_{12}$  en  $s_{44}$  te kunnen bepalen. M.b.v. (7) kan men vervolgens  $\bar{s}_{11}$ ,  $\bar{s}_{12}$  en  $\bar{s}_{44}$  berekenen uit de  $Q_{\max}^{-1}$ .

Van (12) zijn slechts drie vergelijkingen onafhankelijk, men kan de gevonden waarden van  $s_{ij}^*$  vervolgens toetsen aan de overige drie vergelijkingen.



#### B.IV. Meetopstelling

Voor de metingen kan gebruik worden gemaakt van een torsieslinger die door De Koster en Polderman [14] is ontwikkeld. Hierin kunnen rechthoekige plaatjes gespannen worden. De inspanning is zodanig dat het preparaat niet belast wordt. De excitatie geschiedt m.b.v. twee vaste stroomspoelen waarmee, d.m.v. magnetische inductie in twee weekijzeren blokjes op de slinger, deze slinger aangetrokken kan worden met de frequentie van de wisselstroom.



$C_b$  : beweegbare condensator plaat

$C_v$  : vaste condensator plaat

$d$  : draaipunt

$G$  : verplaatsbaar gewicht

$S$  : spoel

$Sp$  : Spiegel voor ijking

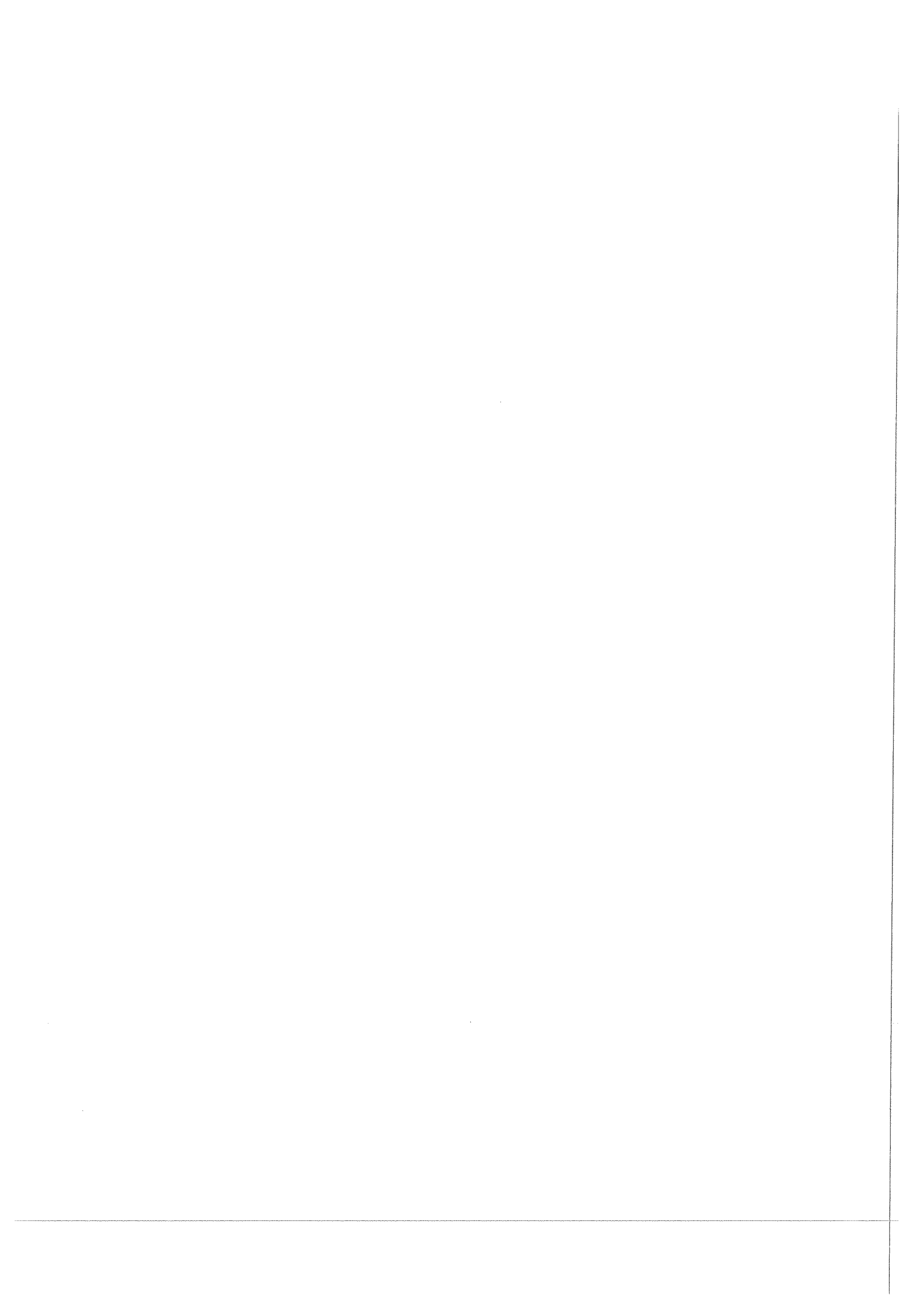
$W$  : weekijzeren blokje

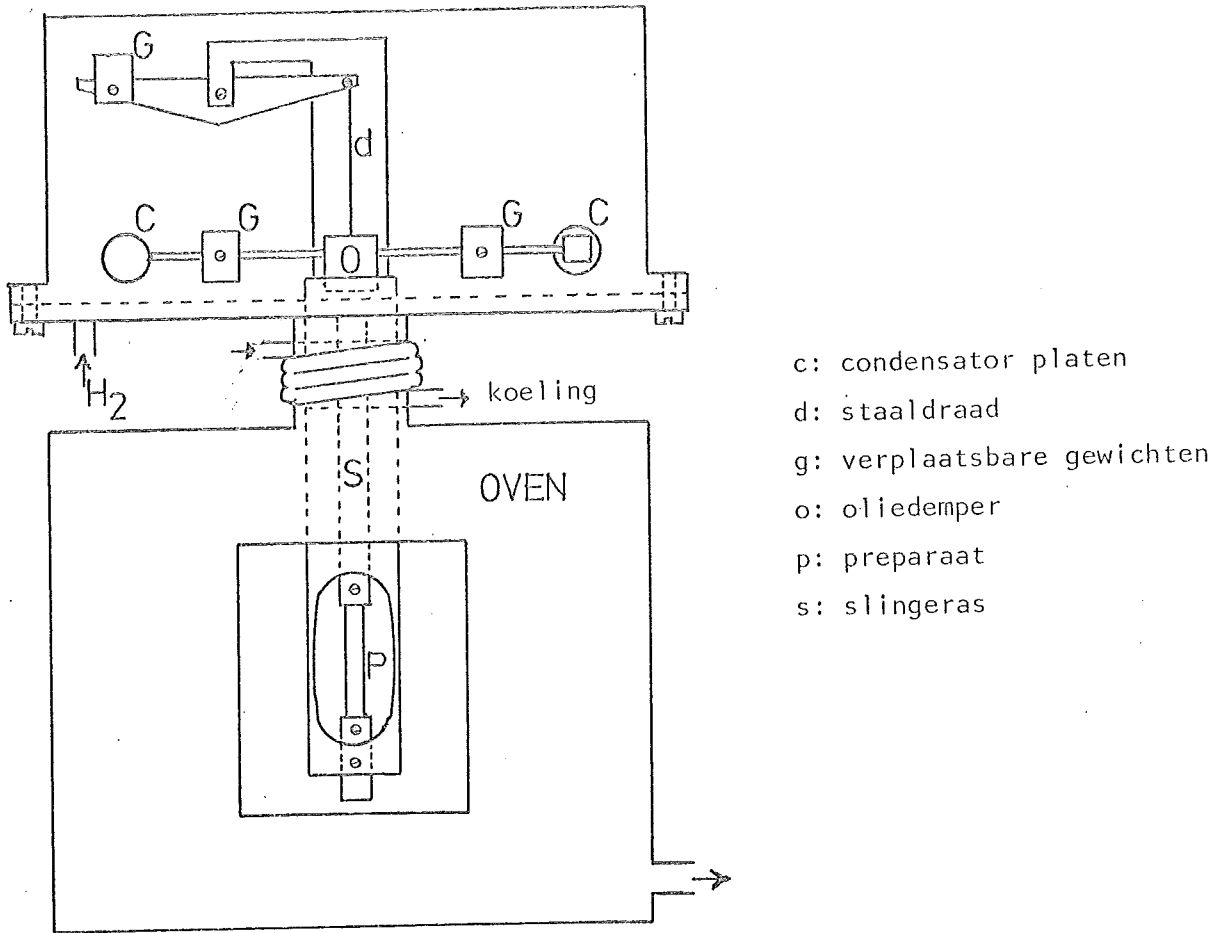
figuur 12. Principe schets van Excitatie en Indicatie.

De indicatie geschiedt capaciteef. Aan het slingerlichaam zitten twee condensatorplaten die samen met twee vaste messing platen condensatoren vormen waarvan de capaciteit periodiek met de slingerfrequentie varieert.

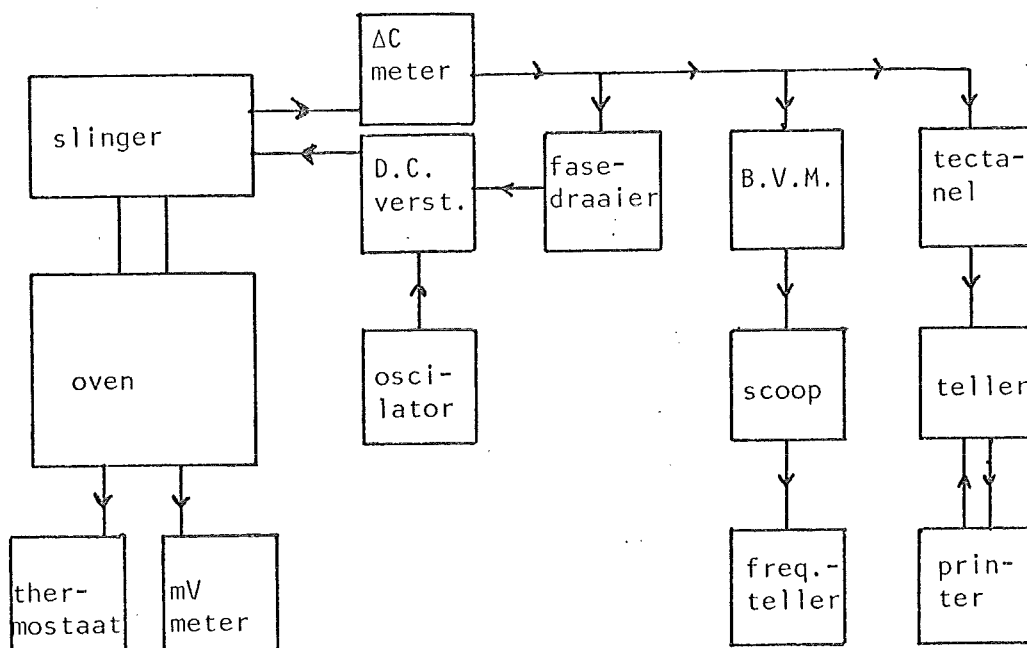
Het preparaat bevindt zich in een oven, zodat men de demping als functie van de temperatuur kan meten. Om oxidatie van de preparaten te voorkomen wordt er tijdens de meting een schermgas ( $H_2$ ) door de oven geleid.

De gebruikte slinger is een omgekeerde torsieslinger. Het slingerlichaam is via een lange slingeras verbonden met het preparaat dat zich in een oven bevindt. De vitale delen van het slingerlichaam worden gekoeld. De ophanging van het slingerlichaam aan een staaldraad ( $d = 0,3$  mm) is zo verwezenlijkt dat men met een contragewicht het gewicht van het slingerlichaam en de slingeras kan compenseren, zodat het preparaat niet wordt belast op trek of druk. Om trillingen anders dan de zuivere torsietrilling

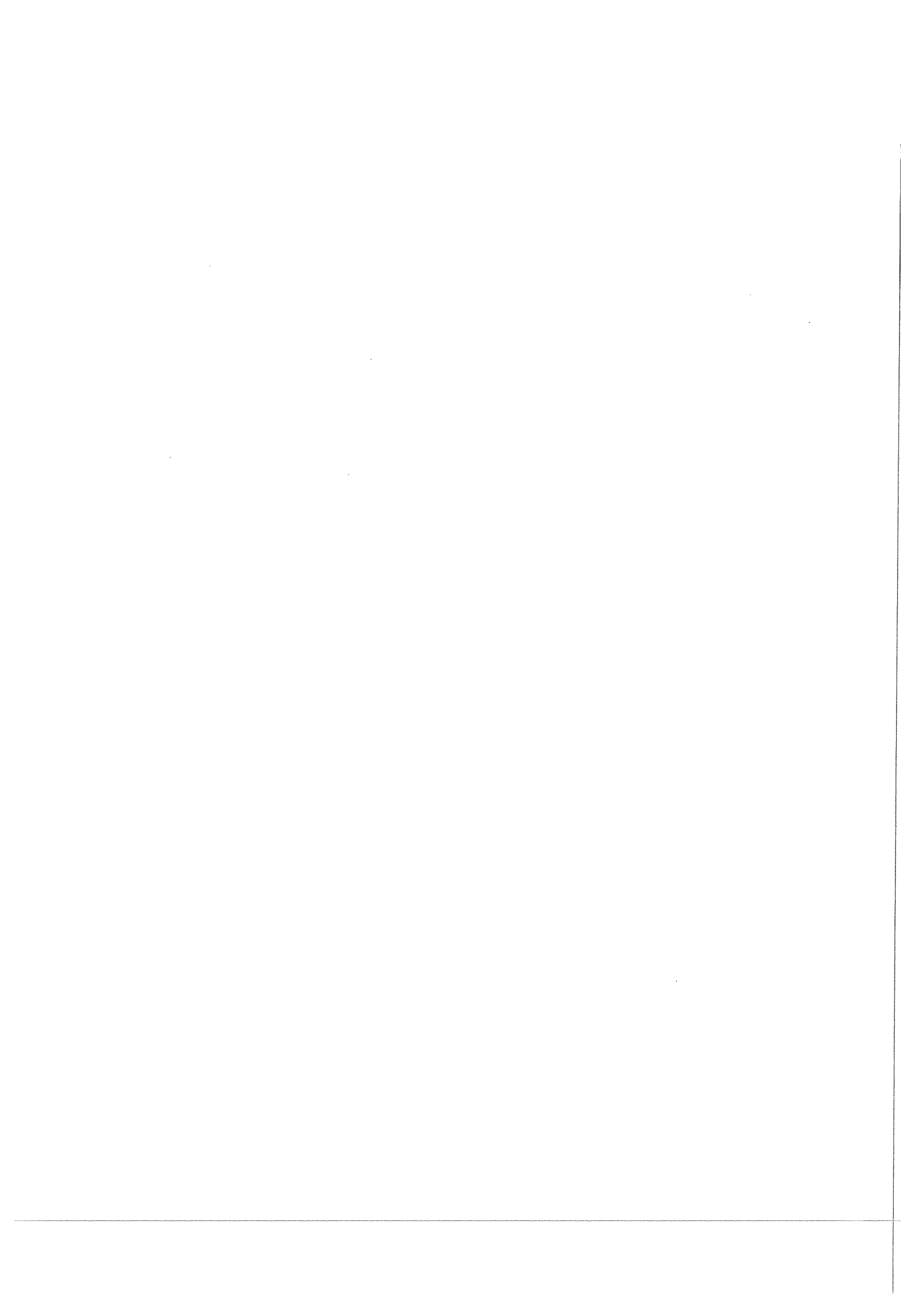




figuur 13. Torsieslinger.



figuur 14. Meetopstelling.



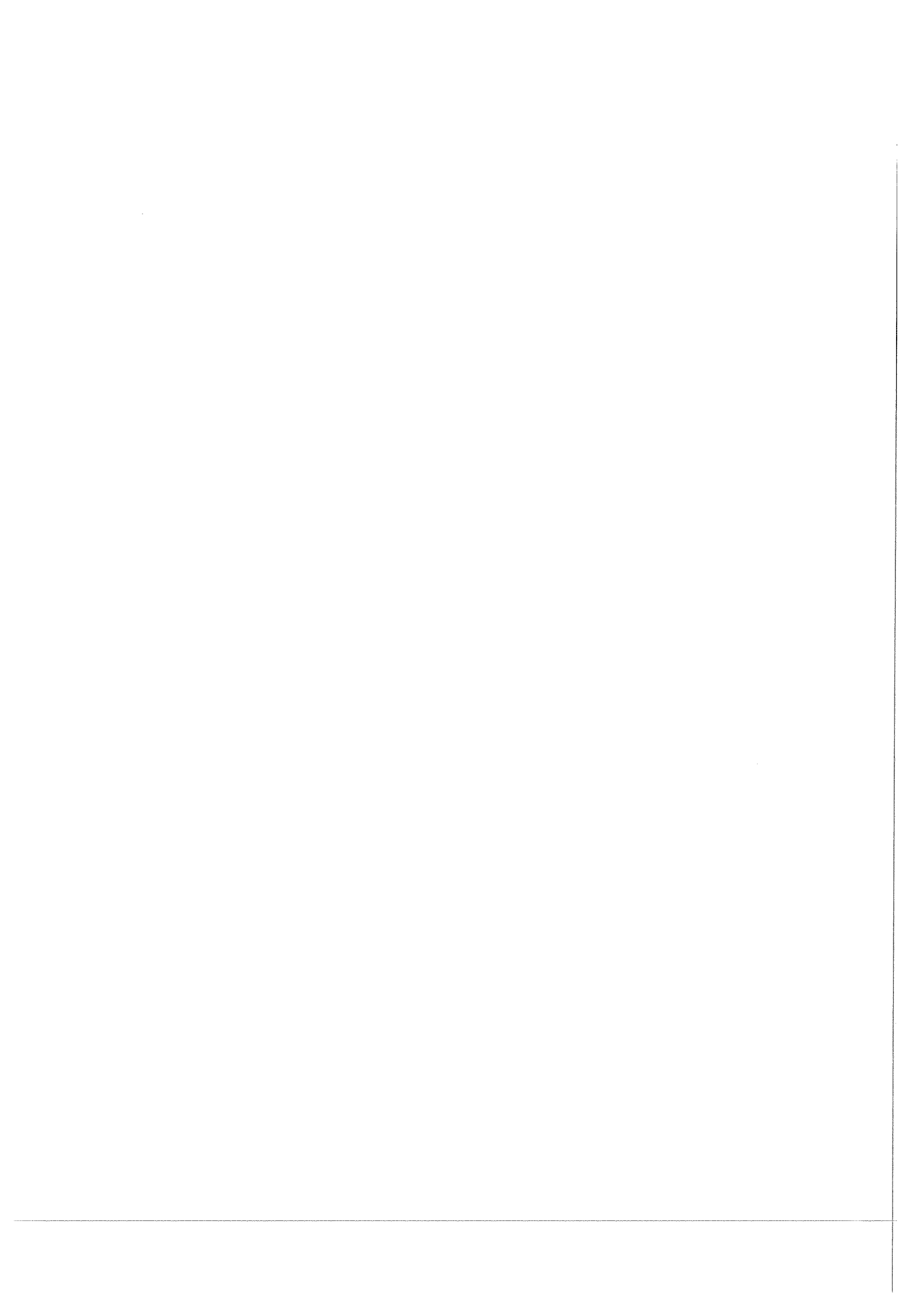


zoveel mogelijk te vermijden is de slinger uitgevoerd met een oliedemper. De dempingsinvloed hiervan wordt constant verondersteld, zodat men deze uit de metingen kan elimineren.

De excitatie kan geschieden met een oscillator, maar bij de metingen werd meestal gebruik gemaakt van de rondzingmethode. Voor de indicatie werd gebruik gemaakt van een capacitieve verplaatsingsmeter. Deze zet de variërende capaciteit om in een wisselspanning. Via een fasedraaier en een D.C.-versterker (laag frequent signaal: circa 5Hz) kan dit signaal dan teruggeleid worden ter excitatie. Het signaal wordt ook via een B.V.M. op een scoop zichtbaar gemaakt en met een teller wordt de frequentie gemeten. Het signaal wordt tevens in een tectanel verwerkt. De tectanel kan de hoogte van het analoge signaal omzetten in een digitale grootte. De grootte van de amplitude van het signaal wordt digitaal weergegeven met een reeks pulsen. Deze pulsen worden geteld en het aantal wordt geprint. De tectanel is zo in te stellen dat hij periodiek een signaalamplitude verwerkt. Zo kan men bijvoorbeeld om de 5 of 10 amplitudes een amplitude meten. Het aantal printeenheden is een maat voor de signaalamplitude en kan vervolgens worden verwerkt om via een exponentiële aanpassing de demping uit te rekenen. Dit rekenen gebeurde met een computerprogramma op een H.P.-9100.

De temperatuur in de oven kan gemeten worden m.b.v. een thermokoppel van het chromel-alumel type. Met een thermostaat kan de temperatuur geregeld worden. De oven werd in het temperatuurstraject van 300 tot 420°C gestookt en met een constante stroom, wat overeenkomt met een gemiddelde opwarmingsnelheid van 30 graden per uur. Ook het afkoelen gebeurde met dezelfde snelheid.

Om te voorkomen dat de optredende deformatie van het preparaat te groot werd,  $\epsilon < 10^{-5}$ , werd de versterker zo ingesteld dat de uitslag op de B.V.M. onder een bepaalde maximale waarde bleef. IJking, m.b.v. een spiegeltje en een laserstraal, leerde dat dit maximum lag op 200 mV, indien de verzwakker op de verplaatsingsmeter op stand 30 stond en de gevoelige meetkop werd gebruikt. De gemiddelde afstand tussen de condensatorplaten bedoog ongeveer 1,5 mm.



B.V. Preparaten

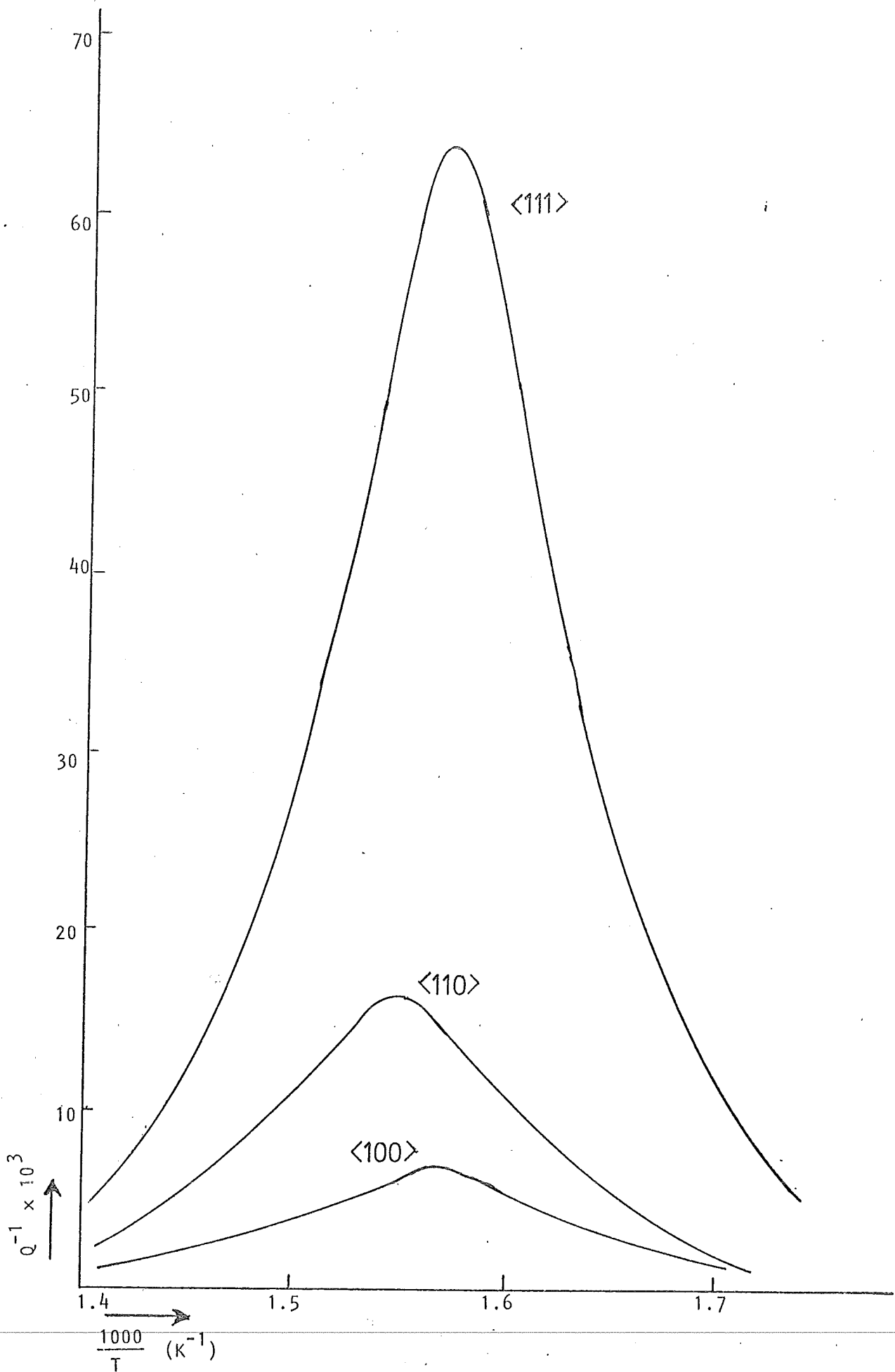
De gebruikte preparaten zijn eenkristallen van een  $Au_3Cu$  legering. De juiste samenstelling van de preparaten is door röntgenmicroanalyse bepaald. Er is gemeten met drie verschillende eenkristallen. De eenkristallen worden aangeduid met richting van de lengte-as.

eenkristal	<100>	<110>	<111>
lengte (mm)	32,0	32,0	32,0
breedte (mm)	4,65	4,73	4,79
dikte (mm)	0,83	1,00	0,91
samenstelling (%Cu)	26,3 $\pm$ 0,3	22,6 $\pm$ 1,1	21,3 $\pm$ 0,2

tabel 1

Het <100>-kristal werd vervaardigd volgens een variant van de Bridgeman-methode [14]. De <110> en <111>-kristallen werden volgens de Czochralski-methode gemaakt. De rechthoekige stripjes werden door vonkverspaning uit de vervaardigde eenkristalcyinders verkregen. Na het verspanen werden de preparaten 18 uur gegloeid op 500°C om inwendige spanningen weg te nemen.

De <100>- en <111>-kristallen zijn isotroop in de richtingen loodrecht de lengte as. Het <110>-kristal is echter anisotroop in het (110)-vlak, d.w.z. dat de elastische eigenschappen in verschillende richtingen niet gelijk zijn. Daarom is m.b.v. een röntgenopname de richting loodrecht op het brede zijvlak bepaald. Dit blijkt de  $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ -richting te zijn. Het smalle zijvlak is dan het (001)-vlak.



figuur 15. Dempingskrommes voor verschillende kristaloriëntaties.

### B.VI. Meetresultaten

De dempingskrommes voor de drie verschillende kristaloriëntaties zijn weer gegeven in fig. 15. Hierin is  $Q^{-1}$  uitgezet tegen  $\frac{1000}{T}$ . Er is reeds gecorrigeerd voor de achtergrondsdemping, welke kleiner was dan  $10^{-3}$ . In fig. 16 is het verband weergegeven tussen  $f^2$ , welke evenredig is met  $G$ , en de reciproke temperatuur voor de verschillende kristaloriëntaties. Hieruit kan men de relaxatiesterkte bepalen volgens

$$\Delta_f = \frac{f_u^2 - f_r^2}{f^2} \quad (13)$$

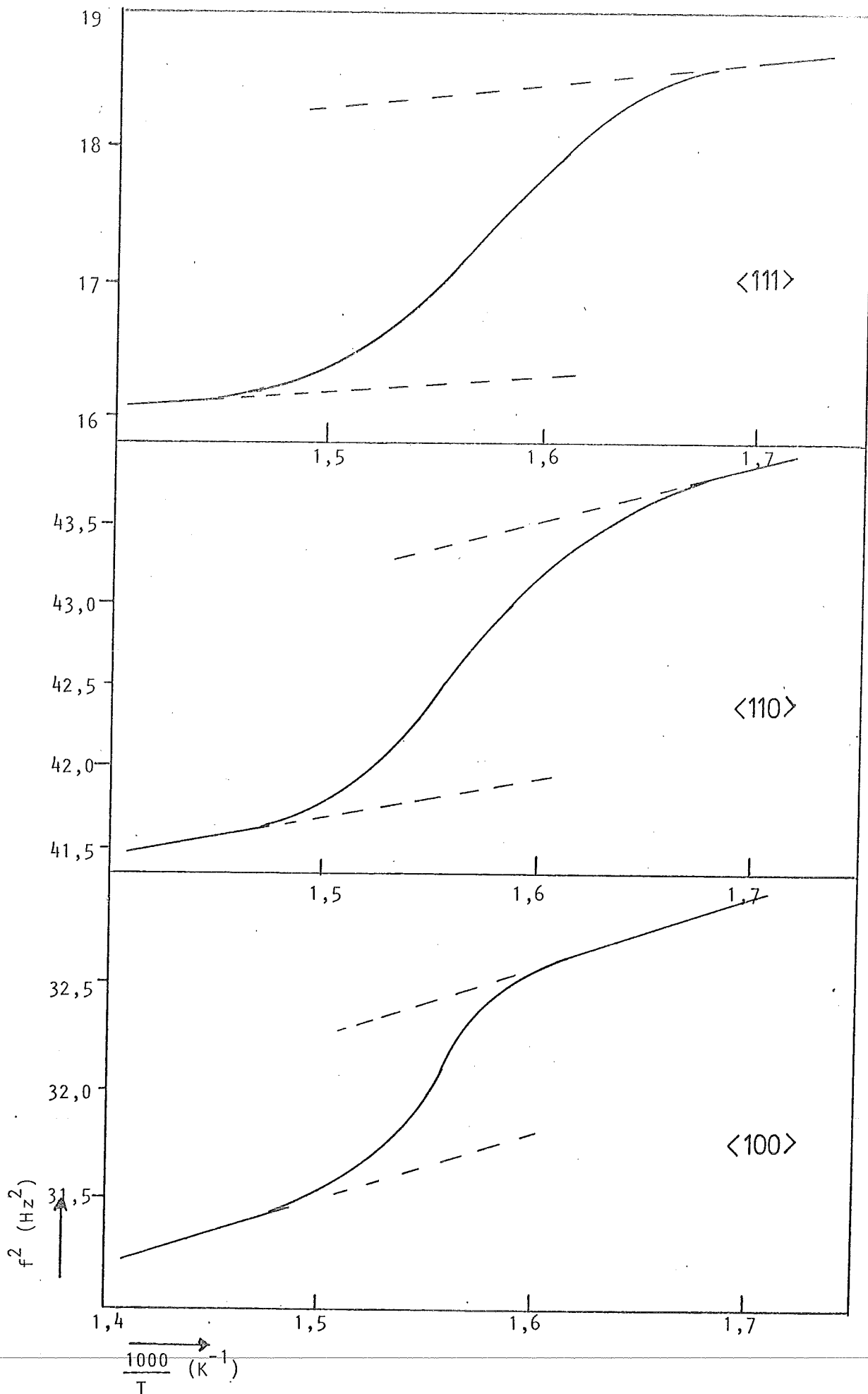
waarin indices  $r$  en  $u$  resp. staan voor gerelaxeerd en ongerelaxeerd. Enkele berekende waarden van verschillende grootheden zijn opgenomen in tabel 2.

preparaat		<100>	<110>	<111>
samenstelling	(%C)	26,3	22,6	21,3
$Q_{\max}^{-1}$	( $\times 10^{-3}$ )	7,0	18,6	67
piektemperatuur	( $\frac{1000}{T}$ )	1,563	1,541	1,560
$T_p$	( $^{\circ}\text{C}$ )	367	375	368
piekbreedte $\Delta_m$	( $\frac{1000}{T}$ )	0,145	0,138	0,133
piekbreedte $\Delta_t$	( $\frac{1000}{T}$ )	0,145	0,136	0,129
activeringsen. $Q_r$	(eV)	1,59	1,68	1,76
relaxatietijd $\tau_0$	(s)	$10^{-12,7}$	$10^{-13,4}$	$10^{-14,0}$
relaxatiesterkte $\Delta_f$		0,024	0,042	0,120

tabel 2

Voor de torsiemodulus  $G$  van een isotroop materiaal en het kwadraat van de slingerfrequentie kan m.b.v. [17] en [14] het volgende verband worden afgeleid:

$$G = \frac{0,888}{K_1} \frac{1f^2}{\left(\frac{b}{a}\right) a^3 b} \quad (14)$$



figuur 16.  $f^2$  als functie van  $T^{-1}$ .

waarin  $I$  het traagheidsmoment van de slinger is. De factor  $K_1$  wordt bepaald door de verhouding  $\frac{b}{a}$ ,  $K_1 = 0,281$  voor  $\frac{b}{a} = 4$  en  $K_1 = 0,291$  voor  $\frac{b}{a} = 5$  [17]. Na meting van de slingerfrequenties bij kamertemperatuur, is de slinger bij kamertemperatuur geijkt met een polykristallijn koper stripje. De literatuurwaarden van de torsiemodulus van koper liepen echter uiteen van  $4,24 \cdot 10^3$  tot  $4,7 \cdot 10^3$  kg/mm<sup>2</sup>. Een tweede ijking van een ijzeren stripje ( $G = 8400$  kg/mm<sup>2</sup>) deed vermoeden dat de hoge waarde van  $G_{Cu}$  meer betrouwbaar is. M.b.v. (12) en (13) kan men de waarden voor de  $E_{\langle hkl \rangle}^{-1}$  en  $G_{\langle hkl \rangle}^{-1}$  uitrekenen, gegeven dat  $E_{\langle 100 \rangle}^{-1} = s_{11} = 1,99 \cdot 10^{-11}$  m<sup>2</sup>/N.

$$G_{\langle 100 \rangle}^{-1} = 2,30 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{N} \text{ voor } G_{Cu} = 4,24 \cdot 10^3 \text{ kg/mm}^2$$

$$G_{\langle 100 \rangle}^{-1} = 2,08 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{N} \text{ voor } G_{Cu} = 4,70 \cdot 10^3 \text{ kg/mm}^2$$

Als men met de eerstgenoemde waarde voor  $G_{\langle 100 \rangle}^{-1}$  verder rekest, dan stuit men op fysische tegenstrijdigheden, zoals een dwarscontractie  $\mu$  die groter is dan 0,5 en een negatieve compressibiliteit  $\kappa$ . Daarom is bij de verdere verwerkingen van de resultaten gewerkt met de laatst genoemde waarde van

$$G_{\langle 100 \rangle}^{-1} = s_{44} = 2,08 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{N}.$$

	gemeten	waarden berekend met x			
$E_{110}^{-1}$	0,98	x	1,00	1,17	1,12
$E_{111}^{-1}$	0,67	0,64	x	0,80	0,83
$G_{110}^{-1}$	2,70	2,82	2,81	x	2,73
$G_{111}^{-1}$	4,47	4,84	4,79	4,35	x
$s_{12}$	-----	-1,11	-1,07	-0,74	-0,87

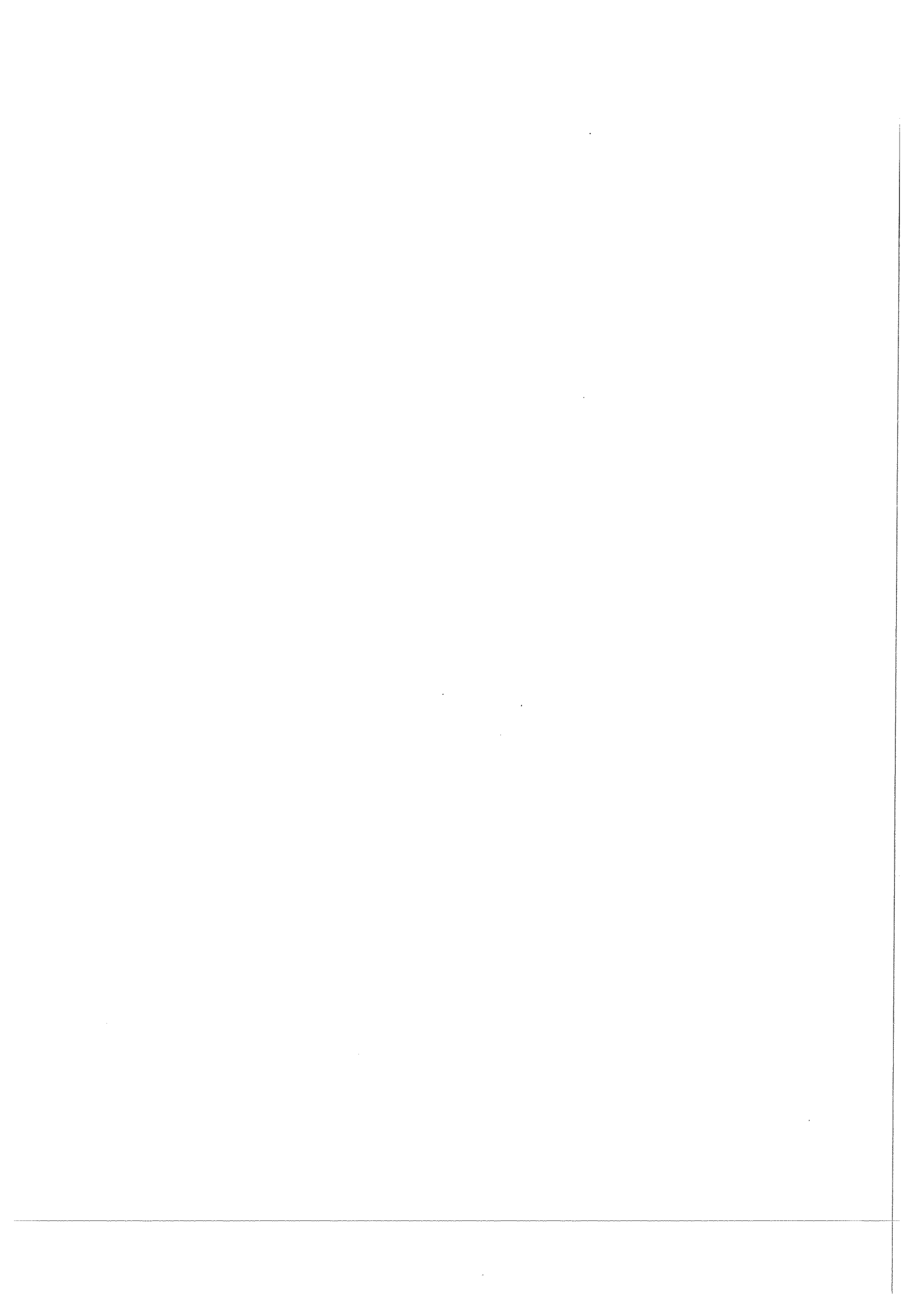
tabel 3.

In tabel 3 staan de waarden van de elastische konstanten in  $10^{-11}$  m<sup>2</sup>/N. In de laatste vier kolommen zijn de waarden berekend uit  $E_{\langle 100 \rangle}^{-1}$ ,  $G_{\langle 100 \rangle}^{-1}$  en met x aangeduide gemeten waarde.

De  $G_{\langle 110 \rangle}^{-1}$  is berekend uit  $s_{44} + \frac{1}{3} B$  i.p.v.  $s_{44} + B$  (12). De waarden van  $s_{44} + B$  weken bijna 100% af van de gemeten waarde. Experimenteel is dus gevonden dat  $G_{\langle 110 \rangle}^{-1} = s_{44} + \frac{1}{3} B$  een betere benadering is.

Waarden  $s_{12} < -1$  zijn niet mogelijk omdat dan met  $s_{11} = 1,99$  en

$$\mu = \frac{-s_{12}}{s_{11}}$$





$$\kappa^{-1} = (s_{11} + 2s_{12})$$

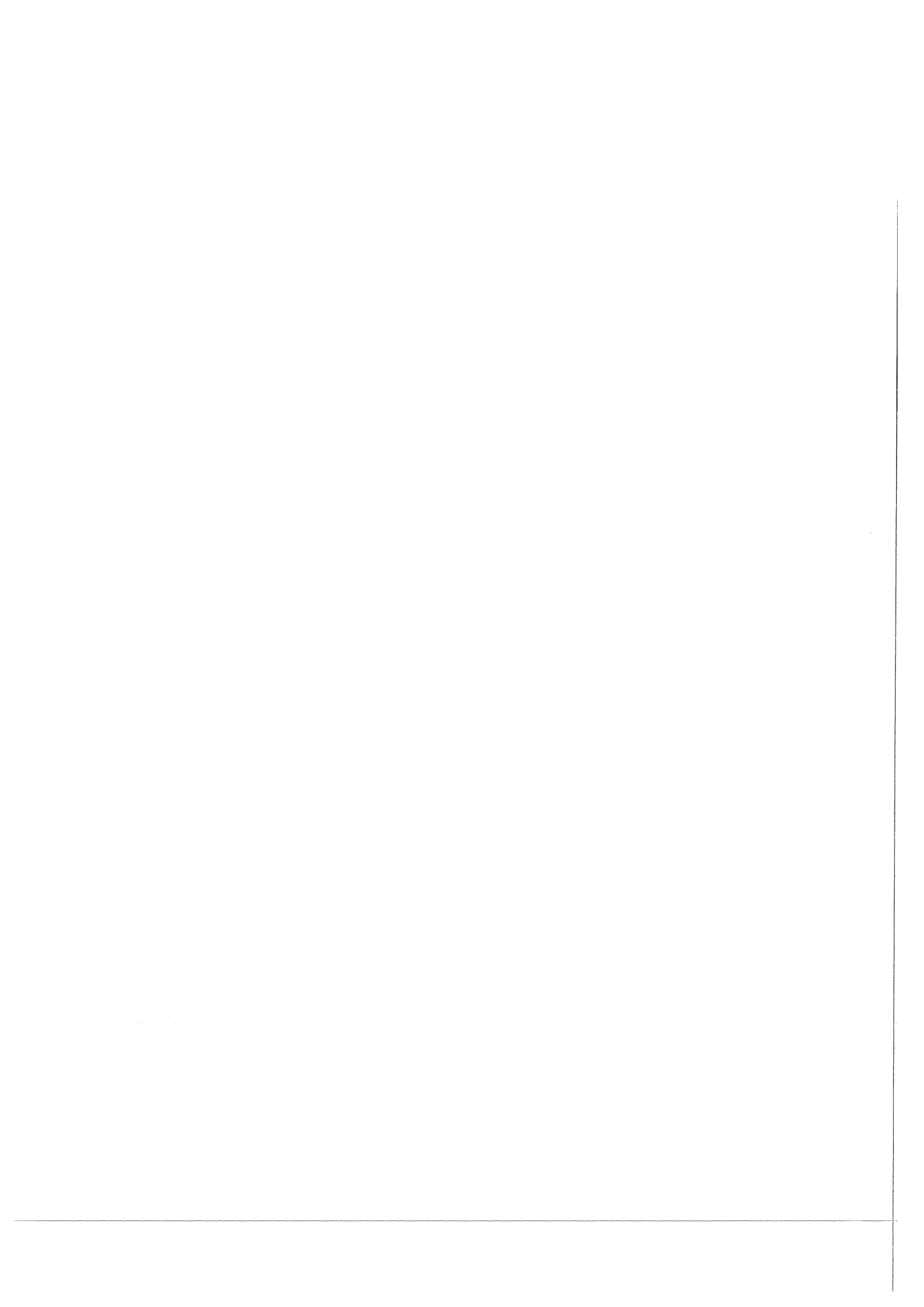
volgt dat  $\mu$  en  $\kappa$  resp.  $< 0,5$  en negatief worden. Met de bekende waarden van  $Q_{\max}^{-1}$  en de waarden van  $s_{11}$ ,  $s_{12}$  en  $s_{44}$  berekend voor de maximale relaxatie, kan men volgens de waarden van  $\bar{s}_{ij}$  uitrekenen.

Voor de verschillende combinaties, zes vergelijkingen met drie onbekenden, vindt men onderling totaal verschillende waarden voor  $\bar{s}_{ij}$ . Het is onmogelijk om uit berekende  $\bar{s}_{11}$ ,  $\bar{s}_{12}$  en  $\bar{s}_{44}$  een betrouwbare voorspelling te maken van de waarden van de  $Q_{\max}^{-1}$  in de verschillende kristalrichtingen. Tevens is geprobeerd om  $Q_{\max}$  te voorspellen uit

$$\frac{\Delta c_{ij}}{c_{ij}} = 2 Q_{\max}^{-1}, \quad (15)$$

$c_{ij}$  is de inverse van  $s_{ij}$  en  $\Delta c_{ij} = c_{ij}^u - c_{ij}^r$ , waarin u en r staan voor ongerelaxeerd en gerelaxeerd.

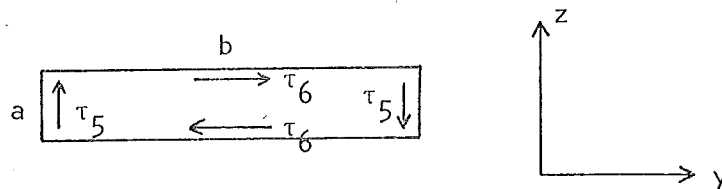
Ook dit leverde geen betrouwbaar resultaat op. Bij het omrekenen van de  $c_{ij}$  op nieuwe hoofdassen moet men een verschil nemen van twee waarden van bijna gelijke grootte. Dit verschil kan, bij een kleine fout van een van beide waarden, echter snel een factor 4 à 5 afwijken van de werkelijke waarde. Het was daarom onmogelijk om  $\Delta c_{ij}/c_{ij}$  nauwkeurig genoeg te bepalen.



### B.VII. Konklusies

De resultaten geven geen betrouwbare waarden voor de imaginaire delen van  $s_{ij}^*$ . Men kan voor een bepaalde kristalrichting geen zinvolle voorspelling doen over de te verwachten maximale demping. Wel vindt men dat voor zowel de experimentele als voor de berekende waarde van de maximale demping bij buigingstrillingen geldt:  $Q_{<100>}^{-1} > Q_{<110>}^{-1} > Q_{<111>}^{-1}$ . Voor torsietrillingen geldt:  $Q_{<111>}^{-1} > Q_{<110>}^{-1} > Q_{<100>}^{-1}$ . Het verschil tussen de experimentele en de berekende waarden kunnen echter wel een factor 3 bedragen.

De waarden van de reële delen van  $s_{ij}^*$  kunnen met een nauwkeurigheid van 10% bepaald worden. Voorwaarde daarbij is echter dat  $-s_{12} < \frac{1}{2}s_{11}$ . Deze eis beperkt drastisch het aantal mogelijkheden voor  $s_{ij}$ . Hidden [14] neemt  $G_{<110>}^{-1} = s_{44} + B$ . Daarbij verwaarloost hij het feit dat de vervorming in het (110)-vlak niet homogeen is, maar het grootst is in het midden [17].



figuur 17. Dwarsdoorsnede van het preparaat.

Stelt men dat de vervorming in het (110)-vlak alleen een gevolg is van schuifspanning  $\tau_5$  (fig. 17), dan vindt men voor  $S_{<110>}^{-1} = s_{44} + 2B$ . Voor  $\tau_6$  vindt men  $G_{<110>}^{-1} = s_{44}$ . Gemiddeld over bijv. een ronde staaf is  $G_{<110>}^{-1} = s_{44} + B$ , omdat  $\tau_5$  en  $\tau_6$  dan in een evengroot oppervlak werken. Overheerst  $\tau_6$  dan zal men dus vinden dat:

$$s_{44} < G_{<110>}^{-1} < s_{44} + B.$$

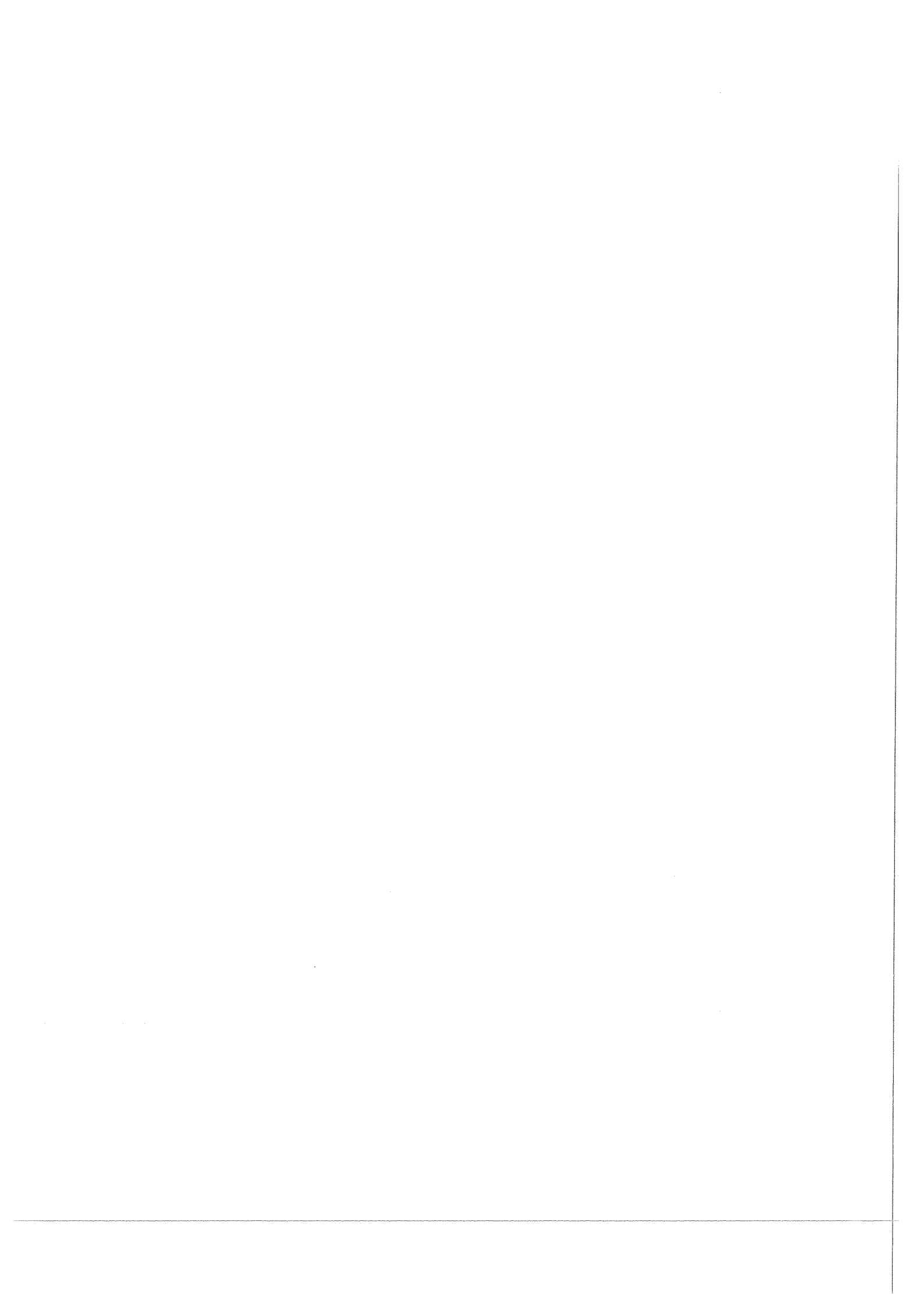
De experimenteel gevonden  $G_{<100>}^{-1} = s_{44} + \frac{1}{3}B$  blijkt dus een goede benadering te zijn voor rechthoekige preparaten waarvan de breedte-dikte verhouding,  $(\frac{b}{a})$  ongeveer 5 is.

De gevonden waarden voor  $s_{ij}$  zijn:

$$s_{11} = 1,99 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{N}$$

$$s_{12} = -0,87 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{N}$$

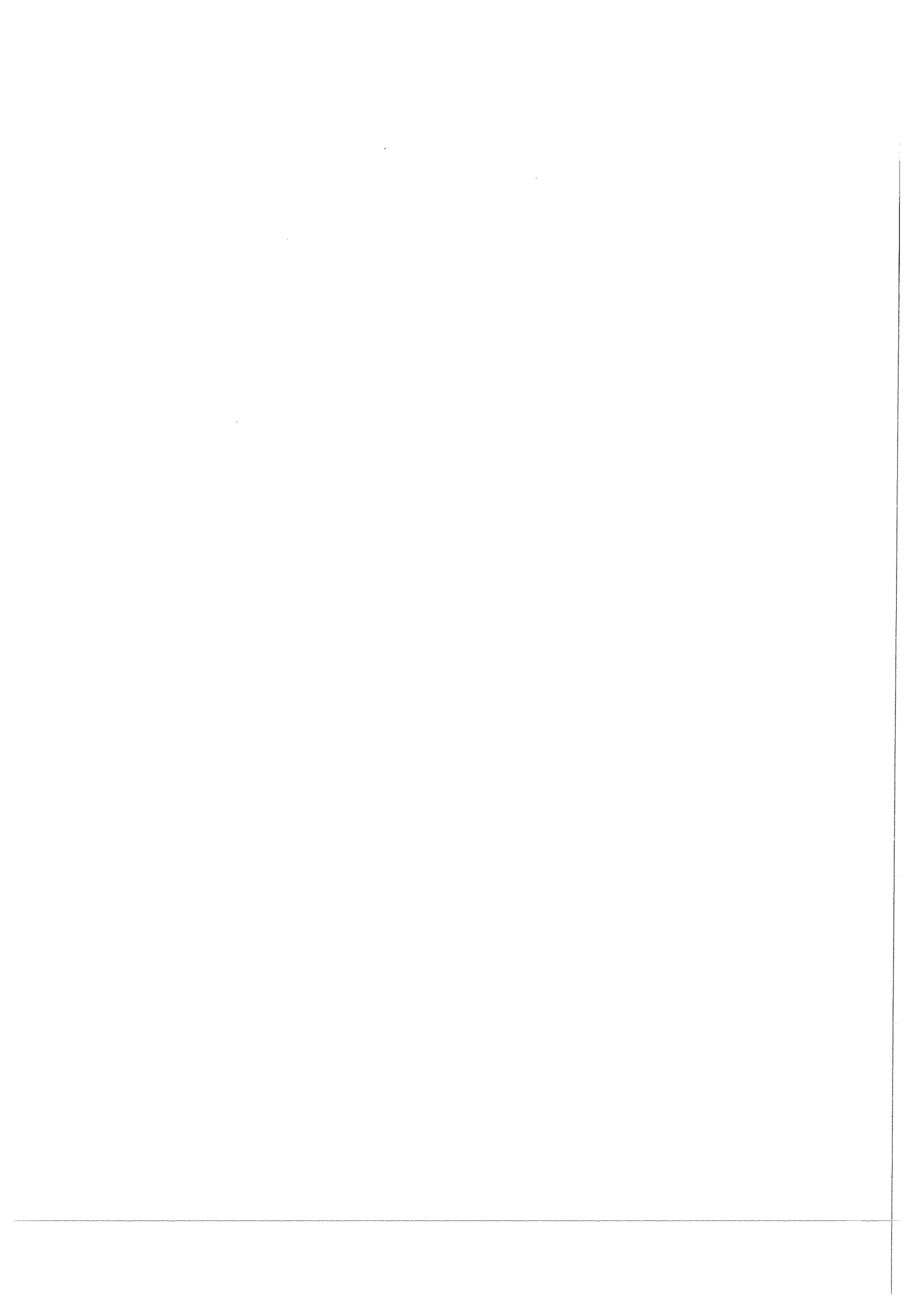
$$s_{44} = 2,08 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{N}$$



De verhouding  $\frac{-s_{12}}{s_{11}} = 0,44$  voldoet goed aan literatuurwaarden gevonden voor zuiver Au ( $\approx 0,46$ ) en zuiver Cu ( $\approx 0,42$ ).

Ook de waarde van  $s_{11} + 2s_{12} = 0,24$  is in overeenstemming met de literatuur nl.: 0,20 voor Au en 0,24 voor Cu. De waarden in tabel 2 van de verschillende gemeten en berekende grootheden, zijn vergelijkbaar met de waarden die Polderman [14] vond bij buigingstrillingen.

De eindkonklusie luidt dat voor een betere benadering van de imaginaire delen van  $s_{ij}^*$ , een goede bekende ijkwaarde gebruikt moet worden. Het is zinvol om metingen te verrichten zowel m.b.v. torsie- als m.b.v. buigingstrillingen in één meetserie en onder gelijke condities.



### Samenvatting

Dempingspieken in een temperatuurgebied van  $-120^{\circ}\text{C}$  tot  $+10^{\circ}\text{C}$  die men vindt in plastisch vervormde metalen staan bekend als Hasiguti-pieken, genoemd naar hun ontdekker.

Hasiguti veronderstelde dat de hoogte van de pieken afhankelijk was van het aantal mogelijke pinpunten van de dislokaties.

Het toevoegen van vreemde atomen in zuiver koper, zou de dempingspiek verhogen.

In tegenstelling met metingen van Hasiguti is in dit onderzoek, zoals beschreven is in deel A, geen verschil gevonden in de piekhoogten van zuiver Cu en CuAl.

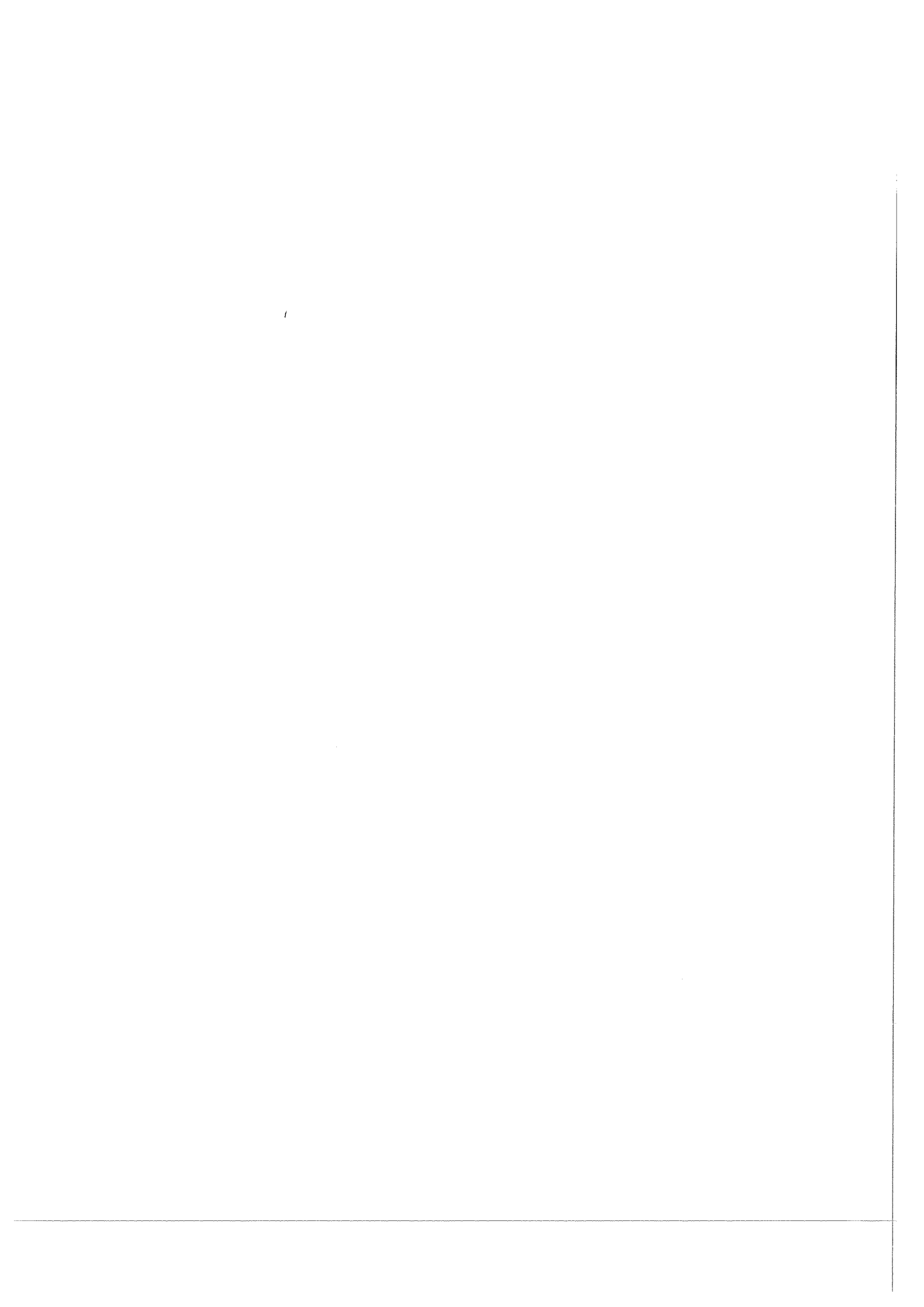
In deel B is de oriëntatieafhankelijkheid van de Zenerdemping onderzocht in  $\text{Au}_3\text{Cu}$  eenkristallen.

Hidden en Polderman hebben reeds metingen gedaan m.b.v. buigingstrillingen.

In dit onderzoek zijn metingen gedaan m.b.v. torsietrillingen.

Het doel van het onderzoek was om het verband te vinden tussen de elastische constanten en de inwendige demping. Dit is echter niet gelukt. Wel zijn uit de metingen de elastische constanten voor  $\text{Au}_3\text{Cu}$  berekend bij kamertemperatuur.

$$\begin{aligned} \text{Gevonden werd } s_{11} &= (1,99 \pm 0,08) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{N}. \\ s_{12} &= (-0,87 \pm 0,10) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{N}. \\ s_{44} &= (2,08 \pm 0,20) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{N}. \end{aligned}$$





### Summary

Internal friction peaks of cold-worked metals in the temperature range between  $-120^{\circ}\text{C}$  and  $+10^{\circ}\text{C}$ , are called Hasiguti-peaks, called after their discoverer.

Hasiguti supposed the peak height depended on the number of possible pinning points on the dislocations.

Pure copper with a few strange atoms would give a much higher peak.

In measurements, presented in part A, no differences between the peak heights of pure Cu and a dilute CuAl alloy was found. This is in contradiction with measurements of Hasiguti.

In part B, the orientation-dependance of the Zenerrelaxation is examined in  $\text{Au}_3\text{Cu}$  single crystals.

Hidden and Polderman have performed these measurements in flexural oscillations. In this investigation they are done in torsional oscillations. The purpose of this investigation was to find the dependance between the internal friction and the elastic constants. This attempt has not been succesful.

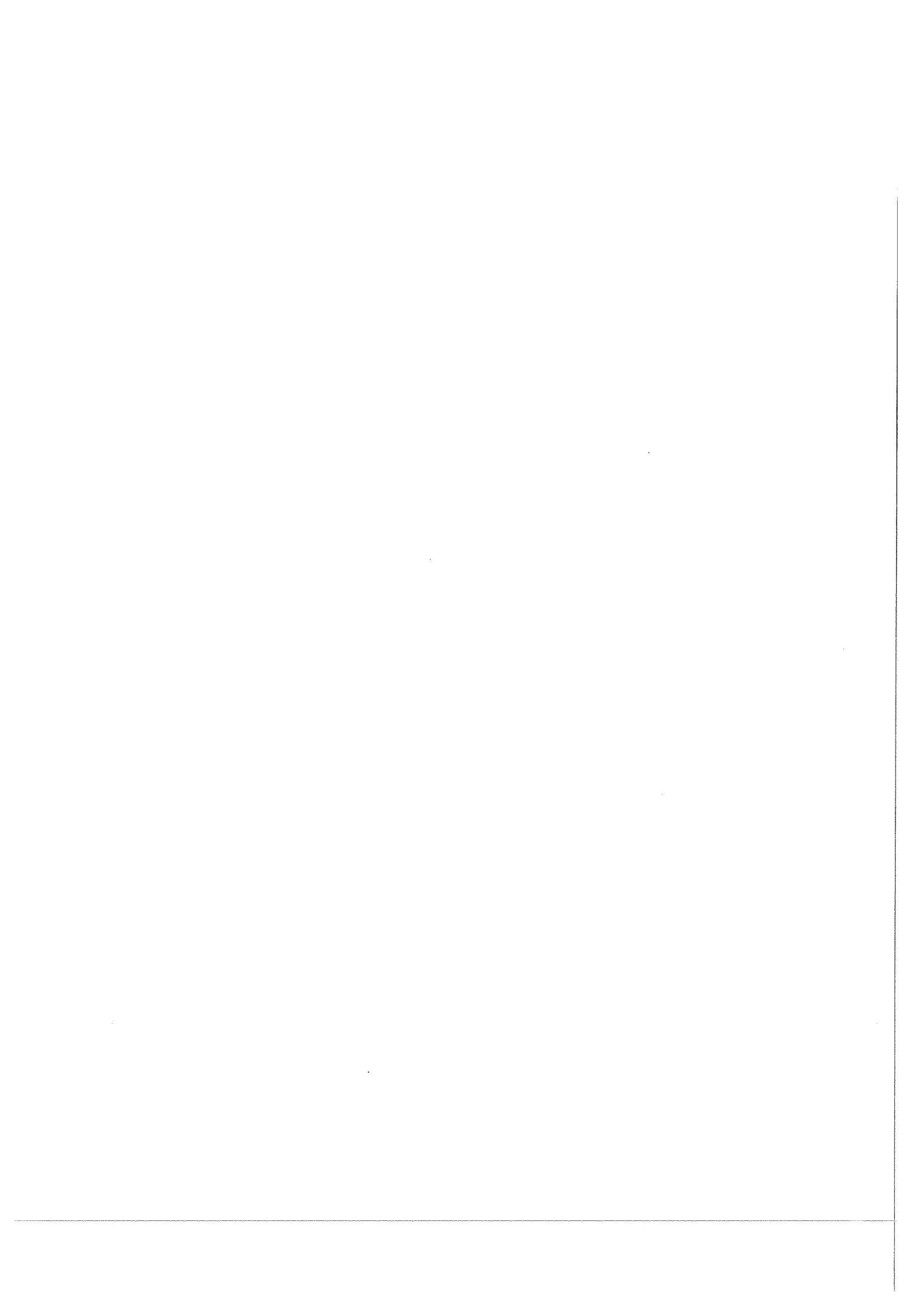
The values of the elastic constants of  $\text{Au}_3\text{Cu}$  are calculated from measurements at roomtemperature.

They were found to be:

$$s_{11} = (1,99 \pm 0,08) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{N}.$$

$$s_{12} = (-0,87 \pm 0,10) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{N}.$$

$$s_{44} = (2,08 \pm 0,20) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{N}.$$



Literatuurlijst

1. Baal, C.M. van, Physica 52, 410 (1971).
2. Claire, A.D. le, W.M. Lomer, Acta Met. 2, 731 (1954).
3. Hasiguti, R.R., K. Iwasaki, M. Koiwa, J.Phys.Soc. Japan 39, 177 (1975).
4. Granato, A., K. Lücke, J.Appl.Phys. 27, 583 (1956).
5. Hidden, R.W.H., Afstudeerverslag, Delft (1973).
6. Jongenburger, P., Kollegediktaat Materiaalkunde I, VIII Mechanische eigenschappen, Delft (1968), pag. 1-13.
7. Koiwa, M., R.R. Hasiguti, Acta Met. 11, 1215 (1963).
8. Koiwa, M., R.R. Hasiguti, Acta Met. 13, 1219 (1965).
9. Koiwa, M., T. Onozuka, M. Hirabayashi, Phil.Mag. 32, 441 (1975).
10. Nowick, A.S., B.S. Berry, Anelastic Relaxation in Crystalline Solids, Ac. Press, New York and London (1972), pag. 1-14, 248-283, 372-389.
11. Nye, J.F., Physical Properties of Crystal, At the Clarendon Press, Oxford (1972), pag. 147-148.
12. Okuda, S., R.R. Hasiguti, Acta Met. 11, 257 (1963).
13. Penning, P., A. van den Beukel, R. Vetter: Kollegediktaat Fysica Vaste Stof I, Delft (1972), pag. 4.1-4.13.
14. Polderman, H.G., Kandidaatsverslag, Delft (1974).
15. Weiner, D., Dissertatie, Delft (1974).
16. Sonneveld, M., Afstudeerverslag, Delft (1975).
17. Timoshenko, S.P., J.N. Goodier, Theory of Elasticity, McGraw-Hill Book Company, New York (1970), pag. 291-313.
18. Zener, C., Phys.Rev, 71, 34 (1947).
19. Zener, C., Elasticity and Anelasticity of Metals, The University of Chicago Press, Chicago (1960).

