

ay

A F S T U D E E R V E R S L A G

DOOR

L.C. Menting

Herstel van de electrische weerstand
na plastische deformatie van Pt.

Technische Physica

september 1963

Herstel van de elektrische weerstand na plastische deformatie
van Pt.

Verslag van het afstudeerwerk
verricht door L.C. Menting
onder leiding van Prof.dr. M.J. Druyvesteyn.

September 1963.

Samenvatting

Door Manintveld (1954) en Piercy (1960) werden isochrone herstelmetingen aan de elektrische weerstand gedaan aan bij lage temperatuur gerekt platinadraad. Deze metingen stemden in het gebied van stap II niet met elkaar overeen. Manintveld mat vóór -50°C een stap II, waarin de extra soortelijke weerstand 8,5% herstelde. Piercy vond voor -50°C geen herstel. Wij vonden voor -50°C een totaal herstel van ongeveer de helft van stap III, n.l. $\pm 12\%$ aan draad van dezelfde fabrikant en dezelfde opgegeven zuiverheid als Piercy gebruikte. Ook bij draad van andere zuiverheden bleek stap II steeds aanwezig te zijn. Dat de door ons gevonden stap II groter is dan die door Manintveld gevonden werd, kan volledig verklaard worden uit een verschil in deformatietemperatuur.

Stap II na rek in vloeibare stikstof blijkt te bestaan uit twee duidelijk te onderscheiden delen: een steil gedeelte rond $\pm -175^{\circ}\text{C}$ en een daaropvolgend zeer geleidelijk herstel, dat contenu overgaat in stap III. Het herstel in dit laatste gedeelte was minder bij het door ons gebruikte onzuivere materiaal. (opgegeven zuiverheid 99,9%).

De isochrone herstelkrommen van Pt en Rh na rek in vloeibare stikstof vertonen enerzijds grote gelijkenis onderling en anderzijds grote verschillen met de overige tot nu toe onderzochte f.c.c. metalen. Het opvallendste verschilpunt is de grote stap IV, die Rh en Pt hebben.

Verder werden isochronen gemeten aan in vloeibare stikstof gewalst Pt. Stap II bleek er totaal anders uit te zien: ze blijkt nagenoeg alleen uit een klein stapje te bestaan bij -85°C , waarin 4% herstel optreedt.

In stap III na walsen in vloeibare stikstof werd de sprongenergie gemeten volgens de hellingsdoorsnijdingsmethode. Gevonden werd 0,66 eV. Voor het einde van de stap was de gevolgde methode niet geschikt. Daar werd de sprongenergie bepaald met de isotherme methode.

Gevonden werd 0,78 eV. De beide waarden zijn aanzienlijk lager dan de uit afschrikproeven gevonden sprongenergie van dubbelvacatures, dit in tegenstelling tot de aan Cu, Ag en Au gemeten waarden.

Summary.

Electrical resistivity isochronal recovery measurements on platinum stretched at low temperature, were made by Manintveld (1954) and Piercy (1960). Their results did not agree in the temperature range of stage II. Manintveld measured a second stage below -50°C , in which 8,5% of the increase in electrical resistivity recovered. Piercy found no appreciable recovery below -50°C . We measured below -50°C a total recovery of $\pm 12\%$, about half of the stage III recovery, on platinum wire, supplied by the same factory and the same reported purity as the wire used by Piercy. We investigated platinum of other purity too and in all cases there was a second stage recovery. That our stage II is larger than the stage II which Manintveld found, can fully be explained by a difference in deformation temperature.

These experiments indicated that stage II consists of two different parts: a part of quick recovery at $\pm -175^{\circ}\text{C}$, followed by a part of slow recovery. The recovery in this second part was less in the case of impure platinum (reported purity 99,9%).

The isochronal recovery curves for Pt and Rh stretched in liquid nitrogen show much resemblance to each other on the one side and show great difference from the other f.c.c. metals which have been investigated until now on the other side. The most striking difference is the greater recovery in stage IV of Rh and Pt.

We also measured the isochronal recovery on platinum wire rolled in liquid nitrogen. Stage II appeared to be quite different now: it consisted almost solely of a little stage at -85°C , in which 4% recovered.

The activation energy for motion of stage III after cold rolling was measured by the method of slope intersection. We found 0,66 eV. This method did not suit at the end of the stage. Therefore at the end of the stage we used the method of isothermal recovery curves. The result was 0,78 eV. Both results are much lower than the activation energy for motion of divacancies found by quenching experiments. In this Pt differs from Cu, Ag en Au.

Inhoud

	blz.
I <u>Inleiding</u>	5
II <u>Methodes ter bepaling van de sprongenergie.</u>	7
III <u>Een nadere beschouwing over isochronen.</u>	18
IV <u>Beschrijving van de experimenten.</u>	22
A. Algemeen.	22
B. De metingen na rekken in vloeibare stikstof.	23
C. De metingen na walsen in vloeibare stikstof.	24
D. Het herstellen.	25
V <u>Meetresultaten</u>	27
A. Herstelmetingen na rek in vloeibare stikstof.	27
B. Isochrone herstelmetingen na walsen in vloeibare stikstof.	31
C. Bepaling van de sprongenergie na walsen in het temperatuurgebied van -50°C tot 90°C .	32
VI <u>Bespreking van de meetresultaten en vergelijking met de literatuur</u>	38
A. Vergelijking van het herstel na rek van Pt met dat van Rh.	38
B. Vergelijking van het herstel van gewalst Pt met enige andere metalen.	40
C. Vergelijking van het herstel na rek en na walsen bij Pt.	41
D. Vergelijking van onze herstelmetingen na rek met die van Piercy en Manintveld.	42
E. Overzicht van voor Pt gevonden sprongenergieën.	
F. Stap I na neutronenbestraling.	48
G. Elektronen microscopisch onderzoek aan platina folies.	49

Gebruikte symbolen

(2)	Verwijzing naar formules.
[2]; [2 p.36]	Verwijzing naar literatuurlijst
T	Temperatuur
ρ	Soortelijke weerstand
$\Delta\rho$	Extra soortelijke weerstand door deformatie
$\Delta\rho_0$	Beginwaarde van $\Delta\rho$, zonder dat de meetdraad warmer geweest is dan de temperatuur van vloeibare stikstof.
n	Aantal roosterfouten
t	Tijd
q	Reeks coördinaten ($q_1, q_2, \dots$), die bepaald worden door de voorgeschiedenis van de meetdraad (b.v. dislocatie dichtheid).
Q_m	Sprongenergie
k	Constante van Boltzmann
ϵ	Plastische rek
R	Elektrische weerstand
ΔR	Toename der elektrische weerstand van de meetdraad door deformatie
T_{sm}	Smelttemperatuur in $^{\circ}K$
T_c	Temperatuur, waarbij $-\frac{d\rho}{dT}$ in een isochroon maximaal is (in $^{\circ}K$)
Δl	Lengtetoeename tengevolge van walsen
l	Lengte van de meetdraad vóór het walsen

I Inleidings

Door plastische deformatie bij lage temperatuur (-195°C) neemt de elektrische soortelijke weerstand van een zuiver f.c.c. metaal toe. Isochrone ontlaathandelingen, uitgevoerd boven de deformatietemperatuur wijzen uit, dat de weerstandsverhoging als functie van de ontlaattemperatuur meestal in vier zogenaamde herstelstappen verdwijnt. Daar er na bestralen vóór -200°C een herstelstap op kan treden, die na deformatie niet gevonden is, nummeren wij de stappen na deformatie met stap II t/m stap V.

Bij dit onderzoek werd het herstel van de weerstandverhoging door plastische deformatie bij -195°C van platina onderzocht. De plastische deformatie werd aangebracht door te rekken of te walsen. Onze herstelmetingen aan gerekt platina vormen op zich zelf geen mooi afgerond geheel. De bedoeling was voornamelijk na te gaan of bij draad van verschillende zuiverheden en na verschillende rek stap II steeds aanwezig zou zijn. Dit naar aanleiding van het feit dat Piercy [2] geen stap II vond bij in vloeibare stikstof gerekt Pt draad. Behalve door Piercy werden isochrone herstelmetingen aan gerekt platina ook reeds door Manintveld [1] verricht. Deze vond wel een stap II.

Aan gewalst platina is door anderen nog niet gemeten. Er werden twee isochronen gemeten van -195°C tot 900°C .

Voor stap III werden door Dugdale [13] en Piercy [2] een sprongenergie van respectievelijk 1,2 eV en 0,73 eV gevonden. Daar beider metingen ons betrouwbaar leken hebben wij getracht te controleren of in stap III wel een enkelvoudig herstelproces plaats had.

Het meten van een sprongenergie vereist grote nauwkeurigheid, vooral als men wil controleren of de sprongenergie constant is. In de hoop dat in stap III na walsen hetzelfde herstelproces zou plaats hebben als in stap III na rek, hebben wij de sprongenergie gemeten na walsen. De weerstandtoename is dan veel groter en we hoopten zodoende een grotere nauwkeurigheid te bereiken.

II Methodes ter bepaling van de sprongenergie

a. Isothermen-methode

Algemeen wordt aangenomen, dat voor het verdwijnen van roosterfouten geldt:

$$\frac{dn}{dt} = f(n, q_1, q_2, \dots) e^{-\frac{Q_m}{kT}} \quad (1)$$

Hierin is k de constante van Boltzmann, n het aantal roosterfouten en T de temperatuur in $^{\circ}\text{K}$.

Q_m heeft de fysische betekenis van een activeringsenergie, noodzakelijk om het herstelproces op gang te brengen; ze is de zogenaamde sprongenergie van de betreffende roosterfout. f is een functie van de concentratie van de roosterfouten en van een aantal coördinaten ($q_1, q_2, \dots$), die grotendeels afhankelijk zijn van de voorgeschiedenis van het materiaal, (b.v. de dislocatie dichtheid en de korrelgrootte). Deze coördinaten ($q_1, q_2, \dots$) zullen we in het vervolg kortweg met q aanduiden. Hoe f van n en q afhangt is onbekend. De formule (1) geldt alleen als we met een enkelvoudig herstelproces te doen hebben.

Integreren van (1) levert:

$$\int_{n_0}^n \frac{dn}{f(n, q)} = t e^{-\frac{Q_m}{kT}}$$

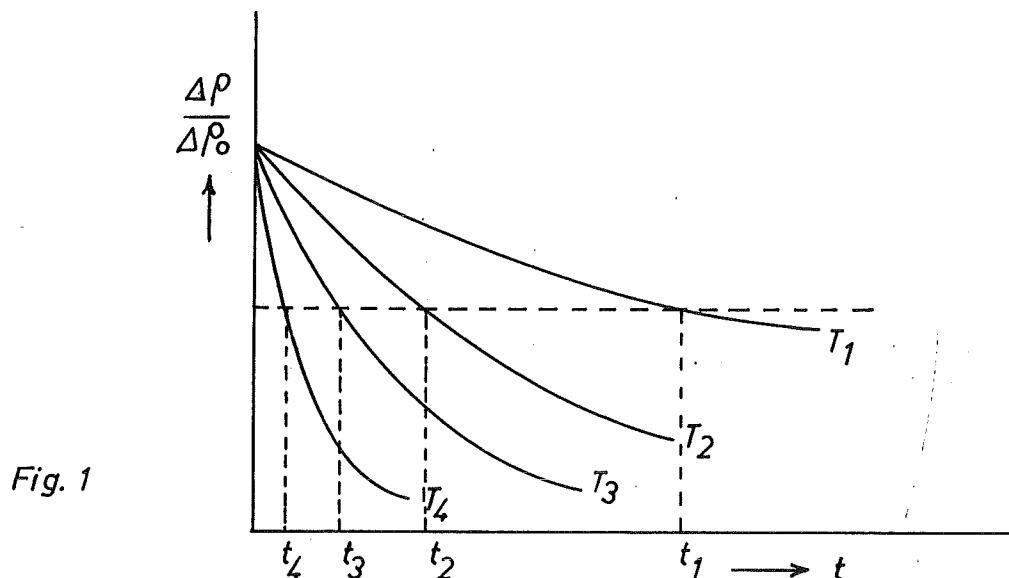
Noemen we de integraal van het linkerlid $\Lambda(n,q)$, dan geldt dus:

$$t = \Lambda(n,q) e^{\frac{Q_m}{RT}} \quad (2)$$

Hieruit volgt:

$$\ln t = -\frac{Q_m}{RT} + \ln \Lambda(n,q) \quad (3)$$

Bij de isothermen-methode nu herstelt men een aantal meetdraden met dezelfde voorgeschiedenis ^{*)} bij verschillende temperaturen (zie fig.1).



Voor een horizontale doorsnede in fig.1 is ρ , dus ook n , constant. $\Lambda(n,q)$ is dan een constante. Zetten we $t_1, t_2, \dots$ logaritmisch uit tegen $\frac{1}{T}$, dan ontstaat volgens formule (3) een rechte, waarvan de helling een maat is voor Q_m .

*) q hangt niet alleen van de voorgeschiedenis af, maar ook van wat tijdens het herstel gebeurt (b.v. klim van dislocaties door puntfouten). De methode veronderstelt dat q alleen een functie van $\Delta\rho$ is, zodat voor een horizontale doorsnede q constant is.

b. Isochronen-methode

Uit vertikale doorsnijdingen van isothermen kan men isochronen samenstellen. In fig.2 is dit gedaan voor $t = 10$ minuten. Elk punt van de isochroon vertegenwoordigt een andere meetdraad.

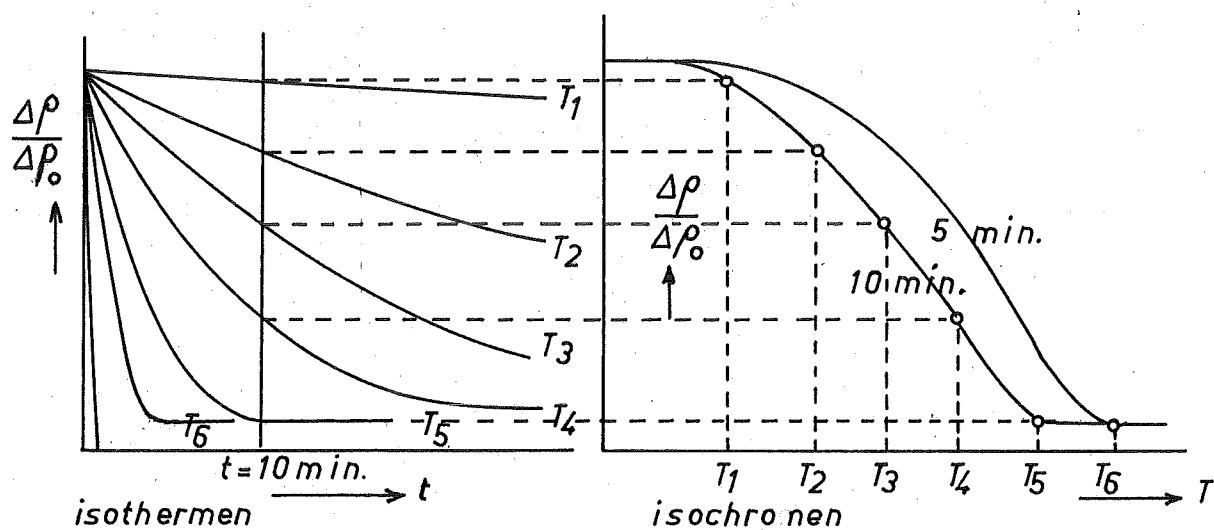


Fig.2

Hetzelfde kan gedaan worden voor t is 5 minuten, 30 minuten enz. Door nu weer horizontale doorsnijdingen te maken in zulk een stel isochronen kan men op dezelfde manier als onder a beschreven de sprongenergie bepalen. Bij elke isochroon hoort een tijd, bij elk snijpunt van een horizontale lijn met een isochroon hoort een temperatuur en voor het verband tussen deze tijden en temperaturen geldt formule (2).

Deze methode komt op hetzelfde neer als de onder a beschreven isothermen-methode. In dit geval gebruikt men de isochronen om te interpoleren naar temperaturen, waarbij niet werkelijk is gemeten.

Van de isothermen behoeven natuurlijk natuurlijk alleen die punten gemeten te worden, waar men van plan is de vertikale doorsnijdingen te maken. In het eerste, onder a genoemde geval gebruikt men de isothermen om te interpoleren naar tijden, waarbij niet werkelijk is gemeten. Van de isothermen moeten veel punten gemeten worden, maar men kan volstaan met minder meetdraden. Dit laatste is de reden, waarom gewoonlijk aan de onder a genoemde methode de voorkeur gegeven wordt boven deze onder b genoemde.

Zoals we reeds zeiden is in bovenbedoelde isochronen elk meetpunt gemeten aan een andere meetdraad. Wil men alleen maar een overzicht van de temperatuurgebieden, waarin herstel optreedt, dan kan men een isochroon beter meten door eenzelfde meetdraad een constante tijd (b.v. 10 minuten) op achtereenvolgende, steeds hogere temperaturen $T_1, T_2, \dots$ te herstellen. Uit de aldus ontstane isochronen kan men niet met formule (2) op de boven beschreven manier de sprongenergie bepalen.

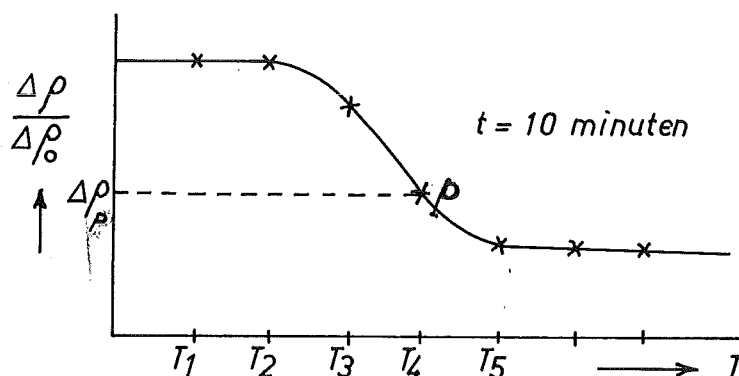


Fig. 3

In zulk een isochroon (zie fig.3) is $\Delta\rho_p$ de extra weerstand van de meetdraad die nog over is nadat het 10 minuten is hersteld op respectievelijk T_1, T_2, T_3 en T_4 .*) In de uit isothermen samengestelde isochronen zou $\Delta\rho_p$ de nog overgebleven extra weerstand zijn na alléén 10 minuten herstel op temperatuur T_3 .

c. Methode van Meechan-Brinkman [3]

Bij de methode van Meechan-Brinkman wordt Q_m bepaald uit een isochroon (gemeten aan één meetdraad) en uit een isotherm (zie fig.4).

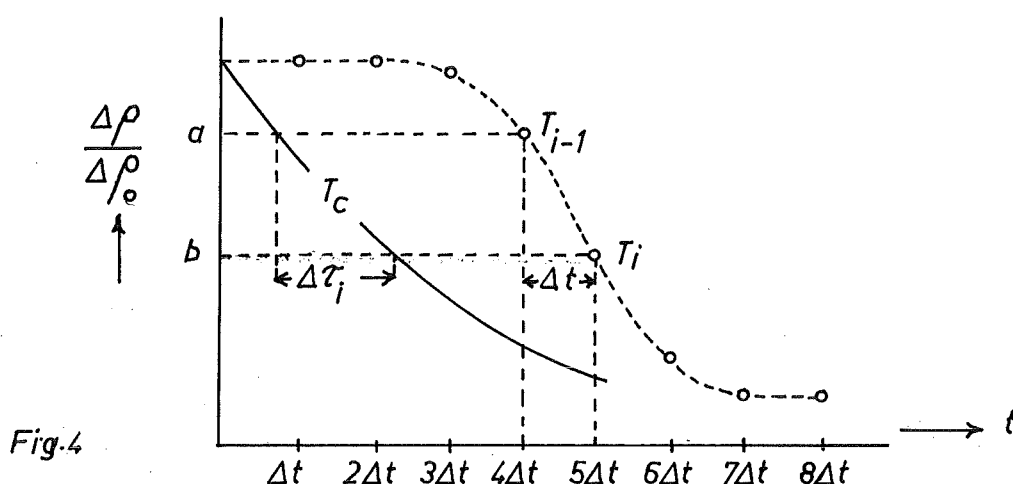


Fig.4

Men maakt 2 horizontale doorsnijdingen door twee opeenvolgende meetpunten van de isochroon. Op de isochroon gaat men van a naar b door een tijd Δt te herstellen op T_i °K; er geldt dus volgens formule (3):

*) Gewoonlijk, alsook elders in dit verslag, heeft "isochroon" deze betekenis.

$$\ln \Delta t = \ln A(n_{i-1}, q) + \frac{Q_m}{kT_i} \quad (4).$$

Op de isotherm gaat men van a naar b door een tijd T_i op T_c °K te verwarmen ; formule (3) geeft dus:

$$\ln \Delta \tau_i = \ln A(n_{i-1}, q) + \frac{Q_m}{kT_c} \quad (5)$$

(4) - (5) geeft (mits de beide meetdraden een gelijke q hebben):

$$\ln \Delta \tau_i = c - \frac{Q_m}{k} \cdot \frac{1}{T_i} \quad (6)$$

met

$$c = \frac{Q_m}{kT_c} + \ln \Delta t = \text{constant}.$$

Doet men dit voor meerdere paren horizontale doorsnijdingen door opeenvolgende meetpunten van de isochroon en zet men de aldus gevonden $\Delta \tau_i$ logarithmisch uit tegen $\frac{1}{T_i}$, dan ontstaat volgens (6) een rechte, waarvan de helling een maat is voor de sprongenergie. De helling van deze rechte is in absolute waarde gelijk aan de helling van de rechte die men volgens de isothermen-methode krijgt (formule 3), maar ze is tegengesteld van teken. Bij zulk een rechte uit de isothermen methode behoort slechts één waarde van Δp . Als Q_m tijdens het herstelproces verandert, zal dit over het algemeen te zien zijn, doordat de helling van deze rechte verandert. Bij de methode van Meechan-Brinkman echter zullen in zo'n geval de meetpunten over het algemeen niet op een rechte lijn liggen. De rechte behoort hier niet bij één Δp , maar bij de gehele herstelstap *).

*) Voor een uitvoerige vergelijking van de Meechan-Brinkman methode met de isothermen-methode zie men [4] .

Wij spraken zojuist over een tijdens het herstelproces veranderen de Q_m . Naar aanleiding daarvan wijzen wij er op, dat we a priori aangenomen hebben, dat Q_m voor het gehele herstelproces constant is. Komen we, daarvan uitgaande, tot de conclusie dat Q_m niet constant is (helling van de rechte uit de isothermen methode verandert), dan mogen we daaruit alleen concluderen dat we niet met een constante Q_m te doen hebben en dient te worden nagegaan wat de op foutieve wijze gevonden Q_m voorstelt.

d. Methode van de hellingsdoorsnijding (stapjeskromme)

1)

Uit formule (1) volgt bij constante Δp en q :

$$Q_m = \frac{T_1 T_2}{T_2 - T_1} k \ln \frac{s_2}{s_1} \quad (7)$$

waarin:

$$s_1 = \frac{d(\Delta p)}{dt} \bigg|_{\Delta p_1, T_1} \quad s_2 = \frac{d(\Delta p)}{dt} \bigg|_{\Delta p_1, T_2}$$

Hierbij is aangenomen dat Δp evenredig is met n .

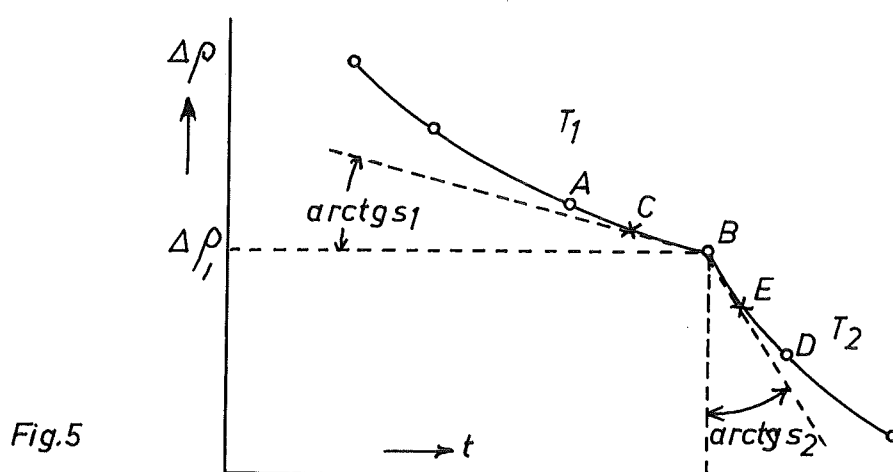
Men gaat nu uit van één meetdraad, die men isotherm herstelt bij temperatuur T_1 °K tot een bepaalde herstelgraad Δp_1 .

Vervolgens wordt het herstel voortgezet op een andere temperatuur T_2 °K. Men bepaalt nu in het punt Δp_1 , (zie fig.5, punt B) de hellingen s_1 en s_2 van beide isothermen.

Met formule (7) kan dan Q_m bepaald worden. Het voordeel van deze methode is, dat automatisch voldaan is aan de voorwaarde, dat $f(n, q)$ uit formule (1) constant moet zijn. Men heeft maar één meetdraad (q constant) en men bepaalt de hellingen voor één waarde van Δp (n constant).

Bovendien is het de snelste methode om Q_m te bepalen.

Veelal meet men een hele serie isothermen achtereenvolgend, bij steeds hogere temperaturen, totdat alle extra weerstand der betreffende herstelstap verdwenen is. Aldus ontstaat een serie isothermen (stapjeskromme) zoals b.v. te zien is in fig. 22 en 23. Nu kan men tevens controleren of de sprong-energie in het gehele temperatuurgebied constant is.



Bij deze methode van de stapjeskromme meten we de helling tussen 2 meetpunten in. In b.v. fig. 5 stelt

$$\frac{\Delta\rho_A - \Delta\rho_B}{t_B - t_A}$$

de helling voor ergens tussen A en B in. Gewoon-

lijk wordt aangenomen, dat dit de helling is midden tussen de 2 punten A en B (punt C), hetgeen een goede benadering is, uitgezonderd bij hoge temperaturen. De helling dient nu van C naar B geëxtrapoleerd te worden. Hetzelfde geldt voor de punten B en D, waar de helling geëxtrapoleerd moet worden van E naar B.

Bij een hoge hersteltemperatuur T_2 verandert de helling over de afstand van B naar D veel, zodat goed extrapoleren alleen mogelijk is wanneer de punten B en D zeer dicht bij elkaar gekozen worden (d.w.z. een zeer korte hersteltijd).

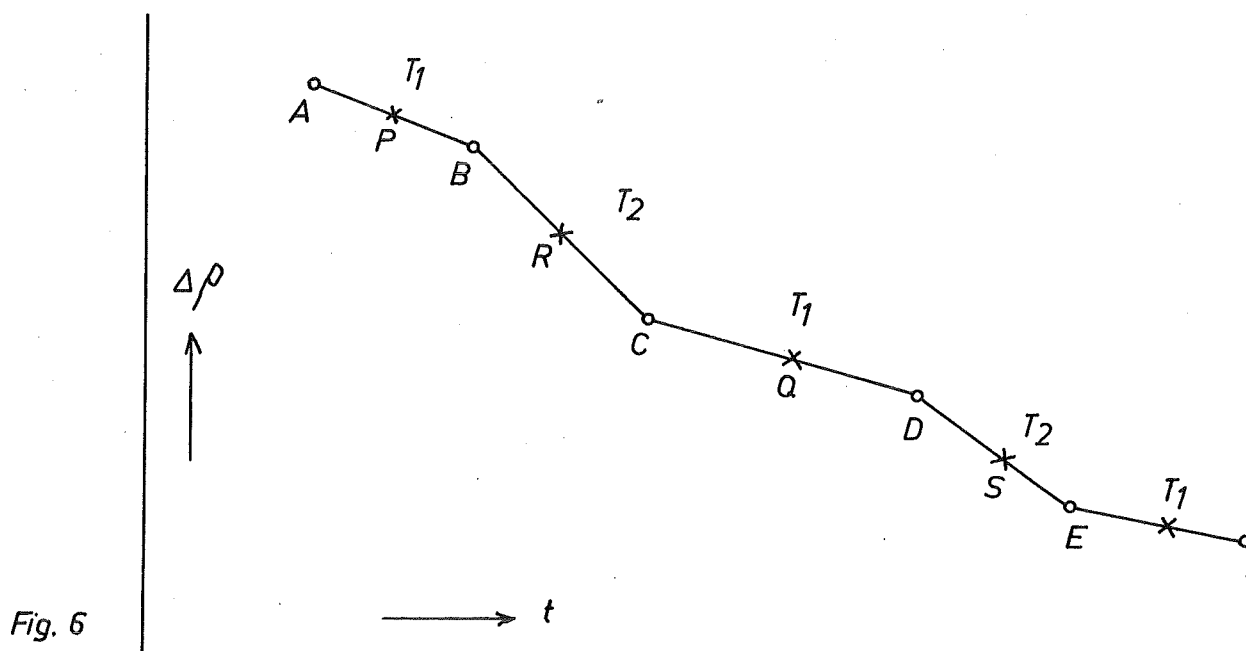
Daar echter de hersteltijd groot moet blijven t.o.v. de opwarmtijd is deze methode van de hellingsdoorsnijding ongeschikt bij hogere hersteltemperaturen.

2) De fout in het bepalen van de helling is meestal groot, hetgeen deze methode onnauwkeurig maakt. Het is echter mogelijk deze methode even nauwkeurig uit te voeren als de voorgaande methodes (a, b en c). Men meet dan een zeer lange isotherm met vele meetpunten bij temperatuur T_1 , gevolgd door een zeer lange isotherm bij T_2 . Vervolgens bepaalt men een wiskundige vorm voor de twee isothermen ($\Delta\rho = f(t)$), welke men differentieert naar de tijd. Substitutie van $\Delta\rho_1$ in deze twee afgeleiden levert dan een nauwkeurige waarde voor s_1 en s_2 .

3) Wil men weten of men tijdens het herstelproces bij een zelfde temperatuur met een enkelvoudig proces te doen heeft, dan kan men de stapjeskromme meten bij slechts twee verschillende temperaturen. Men herstelt de meetdraad op een temperatuur T_1 tot een bepaalde herstelgraad. Dan herstelt men haar op een temperatuur T_2 ; daarna weer op de temperatuur T_1 enz.; totdat er geen herstel meer optreedt.

Door de Jong en Koehler wordt deze methode bij het herstel van afgeschrikt Au in een iets gewijzigde vorm toegepast [21].

De meetdraad wordt gedurende een bepaalde tijd hersteld op temperatuur T_1 (slechts één meetpunt); daarna op T_2 , dan weer op T_1 enz. Er ontstaat dan een stapjeskromme zoals fig. 6 te zien geeft.



De meetpunten A en B leveren de helling in het punt P bij temperatuur T_1 . De meetpunten C en D leveren de helling in Q bij dezelfde temperatuur T_1 . Men kan nu de helling bij temperatuur T_1 in punt C vinden door tussen P en Q te interpoleren. Analooft levert interpolatie tussen R en S de helling in C bij een temperatuur T_2 .

C. Methode van Nicholas

Als laatste methode om de sprongenergie te bepalen noemen we de methode van Nicholas [C]. Met deze methode kan Q_m bepaald worden uit herstelkrommen, verkregen door lineaire opwarming met verschillende opwarmingsnelheid. Als de piektemperaturen

(de temperatuur waarbij $\frac{dp}{dt}$ in de herstelkrommen maximaal is) bij een opwarmsnelheid α_1 en α_2 bij respectievelijk T_1 °K en T_2 °K liggen, dan kan worden afgeleid :

$$Q_m = \frac{k T_1 T_2}{T_1 - T_2} \ln \frac{\alpha_2 T_1^2}{\alpha_1 T_2^2} \quad (3)$$

mits we te doen hebben met één activeringsenergie Q_m .

III Een nadere beschouwing over isochronen

a. Het verschil tussen de normale en de uit isothermen afgeleide isochronen.

In het voorgaande wezen we reeds op het verschil tussen de gewone isochronen (aan één meetdraad gemeten) en de herstelkrommen uit isothermen afgeleid (elk meetpunt gemeten aan een andere meetdraad). Manintveld [1] heeft voornamelijk herstelkrommen van dit laatste soort gemeten. We zullen de aanduiding "uit isothermen afgeleid" reserveren voor deze herstelkrommen, hoewel de gewone isochronen ook uit isothermen geconstrueerd kunnen worden (zie fig.7a).

• = punt van isochroon (gewone)

snijpunt met verticale lijn = punt van uit isothermen afgeleide isochroon

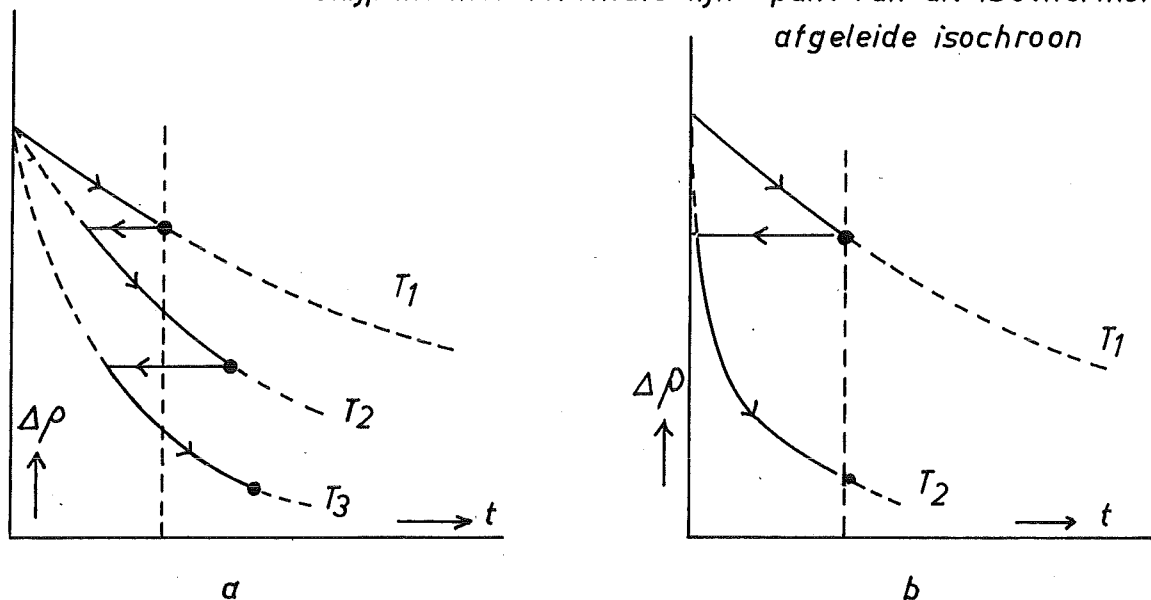


Fig. 7 afleiding van gewone isochronen uit isothermen.

Fig.7 laat zien, dat er alleen verschil tussen de 2 herstelkrommen optreedt als het temperatuurverschil tussen 2 opeenvolgende meetpunten ($T_2 - T_1$) niet te groot is. Hoe dichter de meetpunten bij elkaar liggen, hoe groter de verschuiving zal zijn.

Fig.8 laat de 2 soorten herstelkrommen zien in het gebied van stap II en III voor het geval van gewalst Cu. Beide krommen zijn geconstrueerd uit een stel uit [1] overgenomen isothermen. We zien in deze figuur, dat stap II niet opgeschoven is. Dit kan verklaard worden met het feit dat stap II in werkelijkheid bestaat uit een reeks kleinere stapjes [9], zodat hier niet meer geldt, dat het temperatuurverschil tussen 2 opeenvolgende meetpunten klein is t.o.v. de stapbreedte (v.d. fijnstructuurstap).

We zien nu ook, dat we niet zo maar zonder meer uit normale isochronen op de in het vorige hoofdstuk behandelde methode Q_m kunnen vinden, vooral als de isochronen bij verschillende hersteltijden in de herstelstappen niet evenwijdig lopen, hetgeen soms het geval is (b.v. [3 p.47]).

b. Verschuiving van isochronen *) met dezelfde opwarmingssnelheid

Veelal is men ten onrechte van mening, dat herstelkrommen met "dezelfde opwarmingssnelheid" samen moeten vallen. In fig. 9 is aangegeven, hoe een herstelkrommen van een lineair opgewarmde meetdraad en hoe een isochroon tot stand komt. In zo'n geval als in deze figuur worden dan de opwarmingssnelheden gelijk genoemd.

*) Normale isochronen (aan één draad gemeten).

Men komt hier in hetzelfde punt P langs een verschillende weg.

$\Delta\rho_P$ is echter afhankelijk van de gevolgde weg ^{*)} en de twee herstelkrommen zullen dus in het algemeen niet samenvallen.

De herstelkromme van de in

stapjes opgewarmde meetdraad

zal maximaal $1/2 \Delta T$ naar lagere T

verschoven zijn t.o.v. de contenu

opgewarmde. Fig.10 geeft een

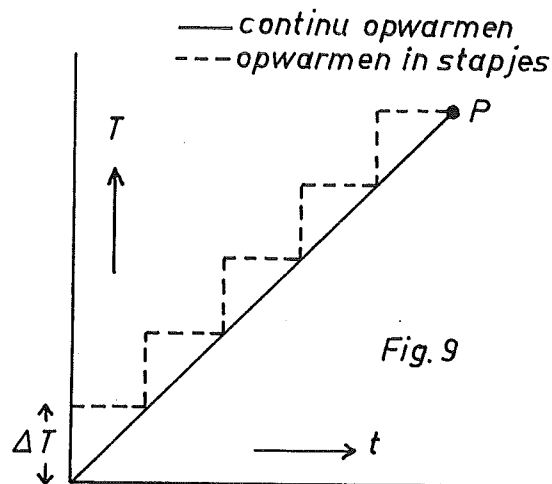
voorbeeld van zo'n verschuiving voor

gewalst Cu voor een geval dat de

trapjes half zo groot worden ge-

maakt. Fig. 10a is afgeleid uit dezelfde

isothermen ^{**)} als fig.8. Hier is de te verwachten verschuiving maximaal 5°C (het halve trap verschil, zie fig.10b).



Door van den Beukel werden voor een eerste orde proces een aantal isochronen uitgerekend met gelijke gemiddelde opwarmsnelheid. Gekozen werd een herstelproces met sprong-energie 0,44 eV en een pre-exponentiële factor $A = 10^{10}$. Drie isochronen werden berekend met temperatuur intervallen resp. 10, 5 en 1°C en bijbehorende tijden resp. 10, 5 en 1 minuten. De drie krommen bleken t.o.v. elkaar ongeveer 2,5°C verschoven. De verschuiving bleek hier dus gelijk aan het halve "trap-verschil".

*) Dit ziet men direkt in door b.v. een omweg te kiezen langs een extreem hoge T; $\Delta\rho_P$ is dan nul.

**) Twee isothermen werden door interpolatie aan de serie toegevoegd.

We kunnen dus aannemen, dat een isochroon met temperatuur-interval ΔT t.o.v. een herstelkromme van een contenu opgewarmde meetdraad over een afstand van de grootte orde $1/2 \Delta T$ naar lagere temperatuur verschoven is. De door D.J.Verol [7] geconstateerde verschuiving van de door hem gemeten herstelkromme van gewalst Cu t.o.v. de door van den Beukel gemeten herstelkromme is hiermee voor een deel ($\pm 3^{\circ}\text{C}$) verklaard.

Fig. 8

Isochronen van gewalst Cu ($t=10$ minuten)
(afgeleid uit door Manintveld gemeten isothermen [1])

—•— uit isothermen afgeleide isochroon
-x-x- normale isochroon

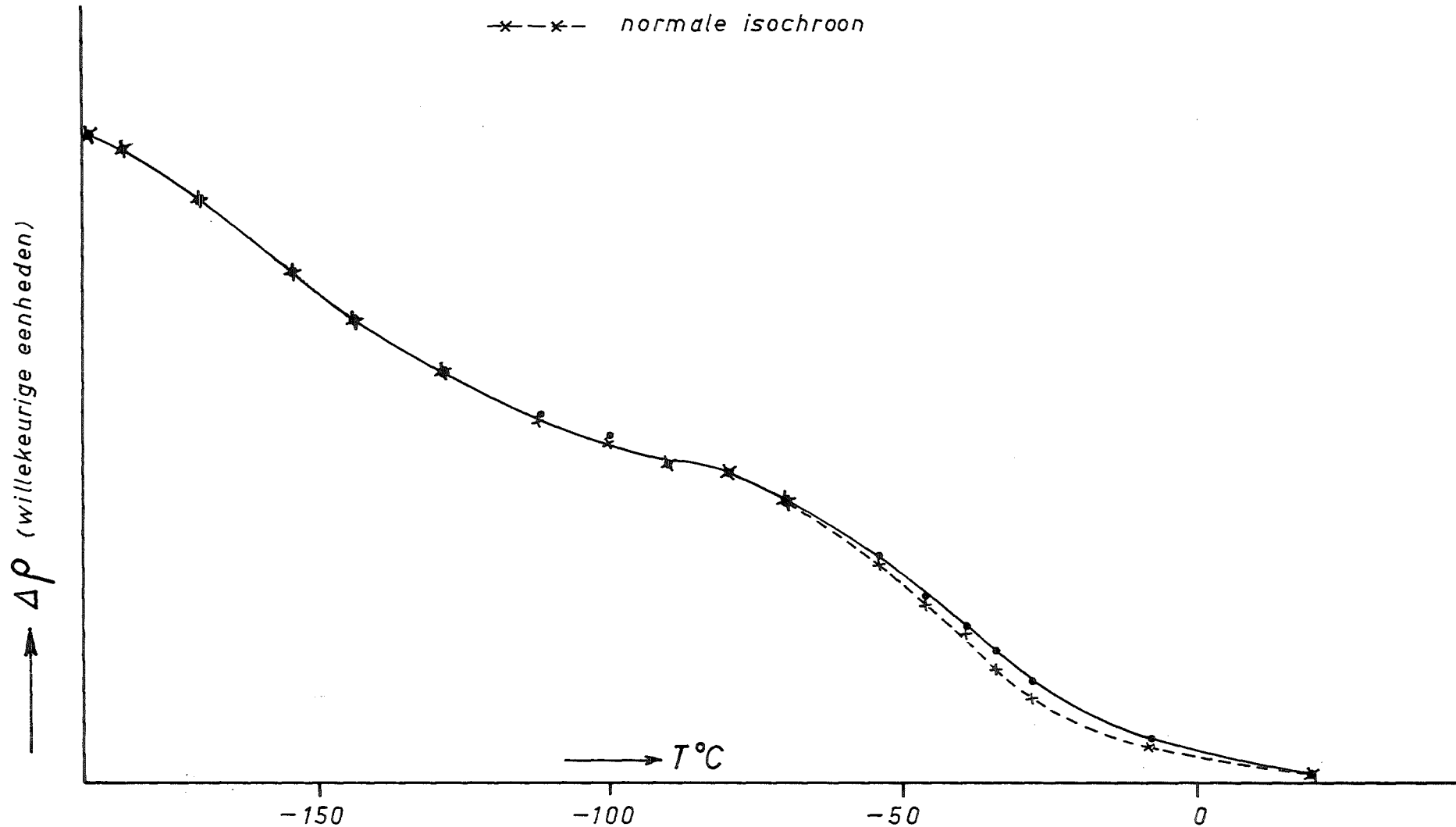


Fig. 10-a

Isochronen van gewalst Cu

(afgeleid uit door Manintveld gemeten isothermen [1])

—*—*— $t = 8$ minuten

---•--- $t = 16$ minuten met slechts half zoveel meetpunten

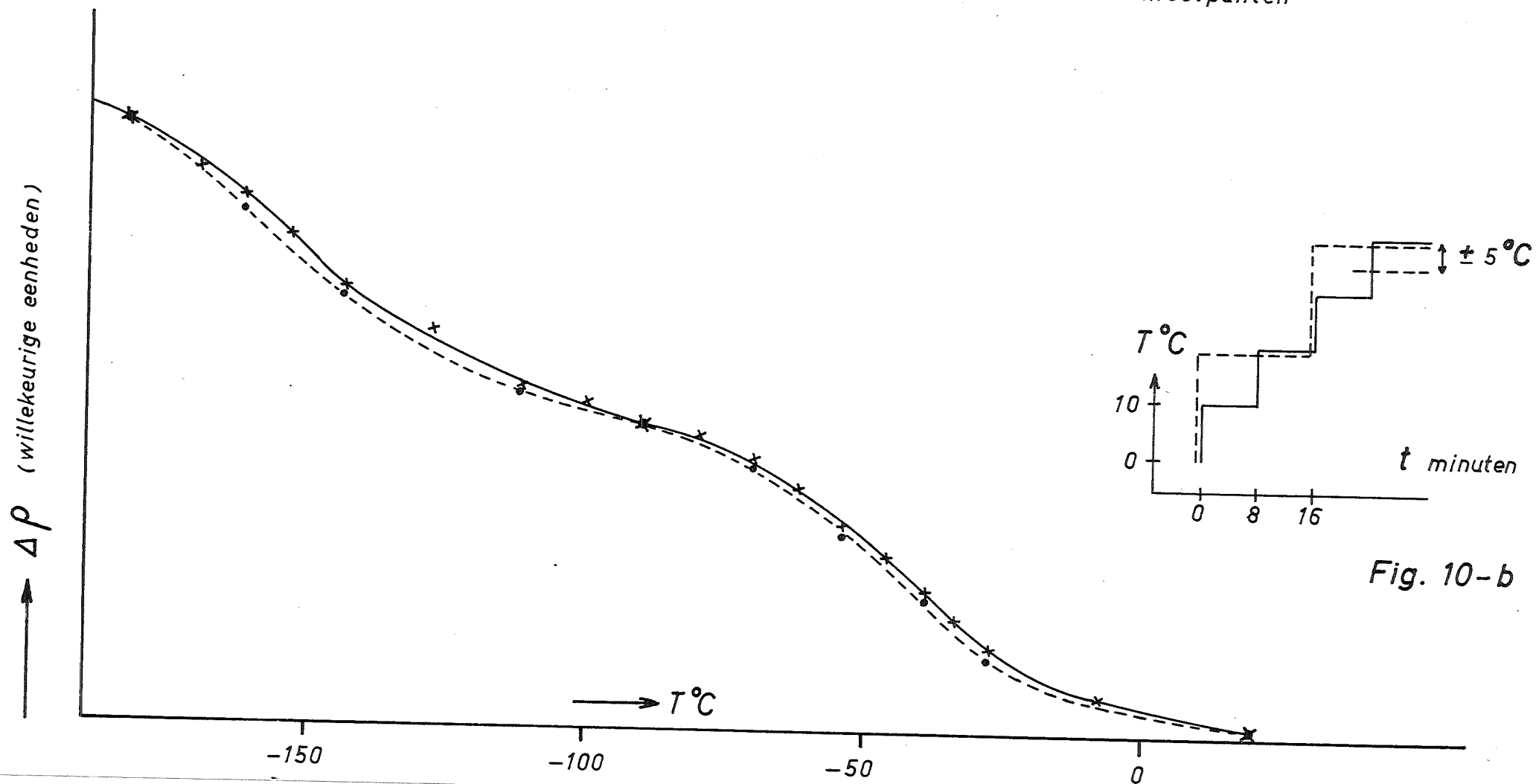


Fig. 10-b

IV Beschrijving van de experimenten

A. Algemeen

De metingen zijn verricht aan platinadraad, geleverd door Johnson en Matthey via H. Drijfhout en Zoon¹. Wanneer we in het navolgende over zuiverheid spreken, bedoelen we steeds de door de firma opgegeven zuiverheid. Tenzij er anders bij vermeld, bedroeg de diameter van het gebruikte draad 0,3 mm. De herstelmetingen na rek werden gedaan met draad van verschillende zuiverheid; de metingen na walsen (ook de bepalingen van Q_m) werden uitgevoerd aan draad met een zuiverheid van 99,999 %. Tenzij er anders bij vermeld werd het Pt draad voordat het werd gebruikt 10 minuten op 800°C in lucht uitgegloeid (in een oven).

De elektrische weerstand werd steeds gemeten in vloeibare stikstof. De gemeten weerstanden werden herleid tot een constante temperatuur ^{*}). Hiertoe werd ook de weerstand gemeten van een vergelijkingsdraad (dummy).

De vloeibare stikstof werd geroerd door doorblazen van stikstof achter een schotje in het Dewar-vat zoals in fig. 11 is aangegeven. De achter het schotje opstijgende gasbellen voeren een stroom vloeibare stikstof met zich mee, zodat de vloeistof circuleert. Dit roeren is nodig om plaatselijke temperatuurverschillen in het meetbad en de vorming van gasbelletjes op de meetdraad en vergelijkingsdraad te voorkomen.

^{*}) De temperatuur van vloeibare stikstof is n.l- niet voldoende constant.

De weerstanden werden gemeten met een Dieselhorstcompensator van de firma Blecker.

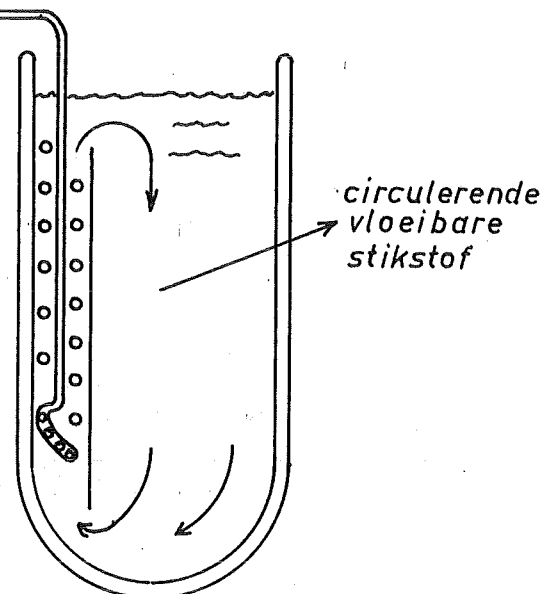


Fig. 11. Meetbad.

B. De metingen na rekken in vloeibare stikstof

De metingen werden verricht aan ongeveer 15 cm lange draden van verschillende zuiverheden. Op een afstand van ongeveer 11 cm van elkaar werden dunne potentiaaldraadjes van platina gepuntlast.

Op het door Berghout[3] ontworpen trekapparaat werd uit een intermitterende trekproef het verband bepaald tussen de plastische rek (ϵ) in vloeibare stikstof en de weerstandstoename ΔR . Deze ΔR wordt niet alleen veroorzaakt door de extra weerstand tengevolge van de ontstane roosterfouten, maar wordt ook voor een deel veroorzaakt doordat tengevolge van de rek de meetdraad dunner is geworden. Wanneer we aannemen dat het volume van de meetdraad tijdens de deformatie constant is gebleven, dan kan voor het verband tussen de relatieve weerstandstoename ($\frac{\Delta R}{R}$) en de relatieve toename van de soortelijke weerstand ($\frac{\Delta \rho_0}{\rho}$) worden afgeleid [1 p. 15]:

$$\frac{\Delta \rho_0}{\rho} = \frac{1 + \frac{\Delta R}{R}}{\left(1 + \frac{\Delta l}{l}\right)^2} - 1 \quad (9)$$

Met formule (9) werden de grafieken uit fig.12 verkregen. Bij de herstelproeven werd dan de rek (ϵ) niet meer gemeten, maar evenals $\frac{\Delta \rho_0}{\rho}$ met deze grafiek bepaald uit $-\frac{4R}{R}$. Hoewel met het trekapparaat van Berghout zeer nauwkeurig gemeten kan worden werd dit bij ons experiment overbodig geacht *) en zijn de metingen voor fig.12 snel en slordig verricht aan Pt draad met een zuiverheid van 99,99 %. De figuur is ook gebruikt om ϵ te bepalen van de andere gebruikte soorten Pt-draden (andere zuiverheden). Dit leek ons geoorloofd, omdat uit metingen van Manintveld [1] blijkt dat deze krommen zelfs bij verschillende uitgegloeide f.c.c. metalen maar weinig verschillen.

C. De metingen na walsen in vloeibare stikstof

De draden werden in vloeibare stikstof gewalst. Daarna werden ze onder de vloeibare stikstof met pincetten in de meetstok bevestigd. Deze meetstok bevatte twee stroomklemmen (met kleine overgangsweerstand) en twee potentiaalklemmen. Als men nauwkeurig wil meten worden aan deze potentiaalklemmen hoge eisen gesteld. Drie soorten klemmen werden geprobeerd (zie fig.13). De klem in fig.13a bleek minder geschikt en is voor de in dit verslag verwerkte metingen bijna niet gebruikt. De meetdraad maakt n.l. niet steeds op dezelfde plaats contact met de potentiaalklem, doordat de draad **) van de in de figuur getekende stand I naar b.v. stand II kan overgaan.

*) Wij hebben na rek alleen isochronen gemeten en het verloop van een isochroon verandert immers niet merkbaar als de deformatie een paar procent verandert.

**) De meetdraad mag niet strak gespannen staan.

Daarna werd een meetstok gemaakt met potentiaal klemmen, die uit mesjes bestonden (zie fig. 13b). De metingen hiermee waren nauwkeurig, maar het gebeurde herhaaldelijk, dat na herstel in een pentaanbad of in andere vloeistoffen, er zich vaste pentaan, resp. vaste andere stoffen, vormden tussen mesje en meetdraad, zodat het electrisch contact verbroken was. Het aanbrengen van schroefklemmetjes om de mesjes vaster op de meetdraad te drukken, had tot gevolg dat bij ook maar iets te vast aandraaien van de schroefjes de dunne gewalste meetdraad doorgesneden werd. De helft der Q_m bepalingen zijn met deze meetstok gedaan. De overige metingen werden gedaan met potentiaal klemmen zoals getekend in fig. 13c. Deze klem bleek het beste te voldoen. Het contact tussen klem en meetdraad bestaat uit een platina draadje van 0,3 mm diameter, dat dwars over de meetdraad loopt; het geheel wordt samengedrukt tussen twee mica plaatjes.

D. Het herstellen

Het herstelbad werd geroerd op de in fig. 11 aangegeven manier. De temperatuur werd geregeld met een stookspiraal in het bad. Bij hersteltemperaturen beneden kamertemperatuur bevond zich in het bad tevens een spiraal, waardoor vloeibare stikstof geblazen kon worden.

Bij het meten van isochronen geschiedde het herstellen bij de laagste temperaturen in vloeibare propaan. Vervolgens in respectievelijk pentaan, water en motor-olie (tot $\pm 170^{\circ}\text{C}$) De temperatuur van het bad werd binnen 1°C constant gehouden.

Van $\pm 170^{\circ}\text{C}$ tot 650°C werd hersteld in een oven (mogelijke fout enige graden Celsius). Bij nog hogere temperaturen werd hersteld door een gloeistroom door de meetdraad te sturen.

Voor het bepalen van Q_m werden herstelmetingen gedaan in het temperatuurgebied van -50°C tot $+90^{\circ}\text{C}$. Er worden hier hoge eisen gesteld aan het constant houden van de temperatuur. De temperatuur werd constant gehouden met een contact-thermometer, aangesloten op een triodeschakelaar, welke 20% van de stroom door de stookspiraal aan-resp. uitschakelde. Bij herstellen beneden kamertemperatuur werd een constante zeer kleine stroom vloeibare stikstof (of koud stikstofgas) door een spiraal in het bad geblazen. Het herstellen geschiedde bij stijgende temperaturen achtereenvolgens in propaan, alcohol en water. Door het overzetten van de meetstok van het meetbad naar het herstelbad daalde de temperatuur van dit laatste in sommige gevallen zelfs 2°C . In die gevallen duurde het ongeveer 30 sec. voordat het bad weer in temperatuurevenwicht was. Hierdoor kan de hersteltijd niet willekeurig kort gemaakt worden. Bij hersteltijden van 1 minuut en korter werd gezorgd dat de gewenste temperatuur ongeveer de gemiddelde temperatuur was. Als het herstelbad eenmaal in evenwicht was werd de temperatuur door de contact-thermometer constant gehouden tot op $0,2^{\circ}\text{C}$. De temperatuur werd gemeten met een nauwkeurigheid van eveneens $0,2^{\circ}\text{C}$.

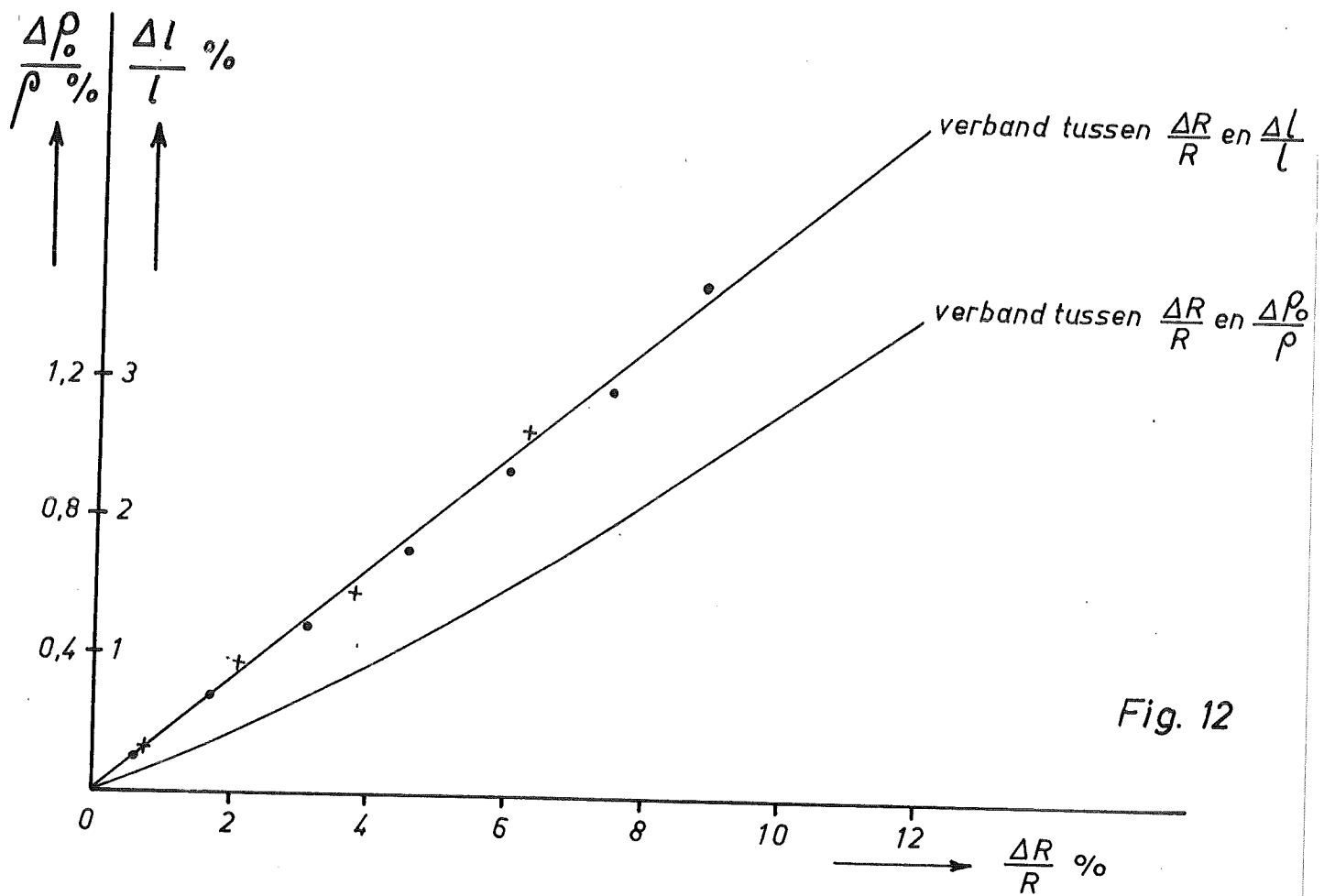


Fig. 12

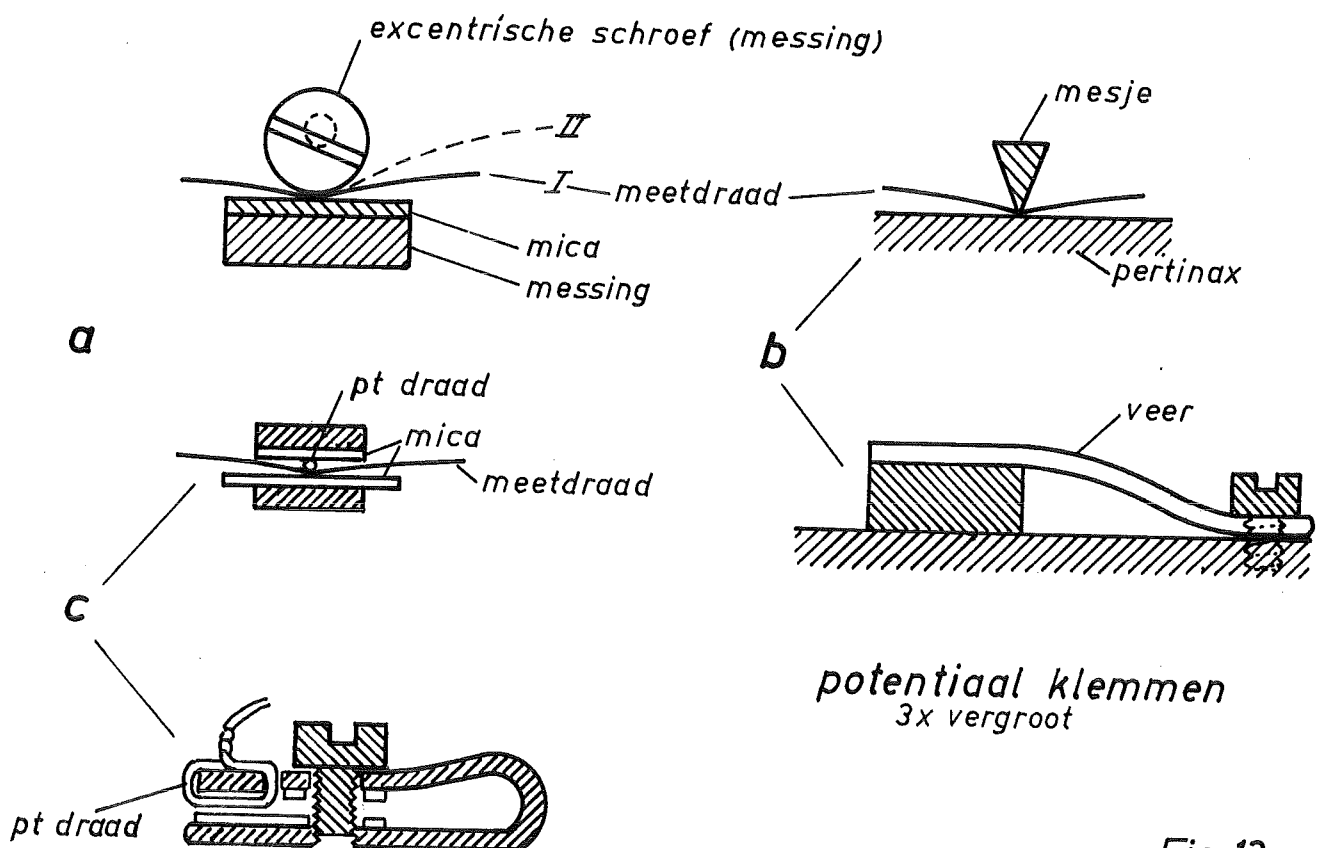


Fig. 13

V Meetresultaten

A. Herstelmetingen na rek in vloeibare stikstof

1) Zuiver materiaal (99,999 %).

Fig. 14 en 15 laten het verloop zien van de isochroon van gerekt Pt-draad met opgegeven zuiverheid van 99,999 %. Deze twee figuren mogen niet wat betreft de grootte van het herstel met elkaar vergeleken worden, daar de eenheid voor $\Delta\rho$ in beide figuren verschillend is. De twee krommen van fig. 14 zijn tegelijkertijd gemeten (d.w.z.: beide meetdraden waren tegelijkertijd in één trekstok *) gemonteerd). Na herstel op 109°C ging van één meetdraad een potentiaaldraadje los, zodat aan deze meetdraad niet verder gemeten kon worden. Daar de trekstok slechts bestand was tot $\pm 170^{\circ}\text{C}$ moest de meetdraad na herstel op 169°C van de trekstok losgemaakt worden en op een andere meetstok gemonteerd worden. Bij dit monteren liet een der potentiaaldraadjes los, zodat ook aan deze 2e draad niet verder gemeten kon worden. Voor fig. 15 is een andere meetdraad gebruikt; deze werd na rek in vloeibare stikstof contenu opgewarmd tot 80°C .

We kunnen in fig. 14 en 15 de in tabel 1 aangegeven herstelgebieden onderscheiden. Uit metingen van Manintveld [1] en Berghout [5] vinden we voor de herstelstappen van Cu na rek de in tabel 2 aangegeven temperatuurgebieden.

*) "Trekstok" is een meetstok, die tevens geschikt is om de draden te rekken. De door ons gebruikte trekstok was van het gebruikelijke type, zoals b.v. beschreven in [10].

	temperatuurgebied		herstel	voorlopige benaming der stap
	in °C	t.o.v. smeltpunt (°K)		
a) Duidelijk stapje zeer geleidelijk herstel	$\pm -175^{\circ}\text{C}$ van -130°C tot -10°C	$\pm 0,05$ $0,07-0,13$	} 14%	II
b) grote stap	van 0°C tot 80°C	$0,13-0,17$	22%	III
c) grote stap	van 180°C tot 580°C	$0,22-0,42$	64%	IV + V

Tabel I

Herstelgebieden van gerekt Pt.

herstelstap	temperatuurgebied t.o.v. smeltpunt (°K)	herstel
einde stap II	0,14	20% *)
stap III	0,16-0,24	20%
stap IV	0,27-0,34	10%
begin stap V	0,34	50% **))

Tabel II:

Herstelgebieden van gerekt Cu.

Uit vergelijking van tabel 1 en 2 leidde men de tevens in tabel 1 aangegeven nummering der stappen af. Zowel de temperatuurgebieden als de herstel percentages kloppen redelijk.

~~*)~~ Herstel in gehele stap II.

~~**))~~ Herstel in gehele stap V.

Alleen is bij Pt stap II wat aan de kleine kant en is het temperatuurgebied van stap III wat aan de lage kant. We zullen verder in dit verslag de in tabel I aangegeven nummering der stappen aanhouden.

2. Minder zuiver materiaal

Daar Piercy[2] stap II niet vond, zijn ook enige metingen gedaan aan andere soorten platina draad (zie fig.16). We zien dat zowel bij het draad met zuiverheid 99,99 % als bij het draad met zuiverheid 99,9% stap II aanwezig is. De meting uit fig.16 aan het draad met zuiverheid 99,99% werd door ons bij een voorgaand onderzoek verricht en is overgenomen uit [11]. Het draad dat Piercy gebruikte kwam van dezelfde fabrikant als het door ons gebruikte (Johnson en Matthey). De door de fabrikant opgegeven zuiverheid bedroeg bij het door hem gebruikte draad 99,99 %.

Vergelijken we fig.14 en 16 met elkaar, dan komen we tot de volgende conclusie:

- a) Stap II bestaat bij elk der soorten draad uit twee delen: een steil gedeelte rond -175°C en een daaropvolgend zeer geleidelijk herstel. Dit laatste genoemde tweede deel van stap II is kleiner bij onzuiver materiaal.
- b) Bij het onzuiverste materiaal (99,9%) wordt stap III nagenoeg een rechte lijn en verdwijnt de scheiding tussen stap III en IV geheel.

Boven 240°C bleek het verloop van de isochroon van het draad met zuiverheid 99,9% abnormaal.

Bij lage rek ($\pm 1\%$) ging de isochroon bij 240°C ($\pm 1/3$ van stap IV is dan reeds hersteld) stijgen. Bij hogere rek ($\pm 5\%$) vertoonde de isochroon daar een knik: de helling nam steeds meer af en tenslotte ging de isochroon weer stijgen.

3. Kleine rek

Verder zijn nog enige isochronen gemeten na zeer kleine rek (zie fig. 17 en 18). We moeten echter bedenken, dat bij kleine rek de metingen relatief erg onnauwkeurig zijn en dat de krommen van deze figuren slechts éénmaal zijn gemeten.

Opmerkelijk is de duidelijke 3-voudige fijnstructuur in stap II bij kromme 2. Het geleidelijke herstel (2e deel van stap II) uit figuur 14 heeft zich hier ontleed in twee stappen. Verder zien we, dat, hetgeen wij stap III genoemd hebben, in kromme 1 en 3 niet optreedt. Dit verschijnsel, dat stap III bij zeer kleine deformaties kan verdwijnen is reeds eerder door Dawson [12] gemeten aan Ag en Au. In deze gevallen trad dan echter stap II ook niet op, hetgeen hier bij Pt wel het geval is.

4. Herstel in vloeibare stikstof

Wanneer een meetdraad in vloeibare stikstof gerekt wordt, blijkt het de eerste 6 minuten onmogelijk de elektrische weerstand nauwkeurig te meten (blijkbaar is er geen temperatuur-evenwicht). Het meten zelf neemt ook wel enige minuten in beslag, zodat het over het algemeen wel een minuut of 10 duurt, voordat men het eerste onnauwkeurige meetpunt heeft.

Toch kon, na rek van ongeveer 5%, herstel in vloeibare stikstof waargenomen worden; weliswaar zeer weinig herstel, maar net voldoende om met zekerheid te zeggen dat het er is (zie fig.19 met tabel 3). De kruisjes in fig.14 en 16 bij -195°C corresponderen met de einden van de isothermen in vloeibare stikstof uit fig.19. De kruisjes in genoemde figuren bij -183°C corresponderen met de waarde van de extra weerstand na 7 uur herstel in vloeibare zuurstof. De draden, waarmee de metingen gedaan zijn voor fig.19, zijn ook gebruikt voor de metingen van fig.14 en de middelste kromme van fig.16.

B. Isochrone herstelmetingen na walsen in vloeibare stikstof

Fig.20-a geeft het verloop van de isochroon na walsen van Pt (99,999%) in vloeibare stikstof tot een lengte toename ($\frac{41}{1}$) van resp. 65% en 180%. Beide krommen werden tegelijk (aan één meetstok) gemeten.

$\frac{1+\frac{41}{1}}$ werd met een nauwkeurigheid van 1% bepaald door een ongewalste draad en een gewalste draad van dezelfde lengte te wegen. $\Delta\rho_0$ is in fig.19 en 20 het verschil in de soortelijke weerstand der meetdraad direct na deformatie en na 10 minuten gloeien op 900°C .

In fig.20-b wordt het begin van een der isochronen van fig.20-a vergeleken met het begin van een isochroon na rek. Deze laatste werd gemeten aan draad met zuiverheid 99,99% en het laatste meetpunt had een hersteltijd van een half uur.

Daar $4p_0$ na walsen hier veel groter (grootte orde 50 maal) is dan het weerstandseffect na rek, ligt het verloop van fig. 20a erg nauwkeurig vast. Ook het relatief zo kleine herstel na walsen beneden -100°C was nog duidelijk meetbaar. In fig. 21 is het begin van de twee isochronen uit fig. 19 en nog een derde getekend (de $\frac{4p}{4p_0}$ - as is hier 10 maal zo veel uitgerekt). Het herstel vlak boven stilstooftemperatuur, dat kromme c laat zien, was vaak niet aanwezig. Het eerste meetpunt van kromme a uit fig. 21 werd gemeten drie uur na het walsen, dat van b twee uur na het walsen en dat van c een half uur na het walsen.

Bij 290°C vertoont de isochroon na walsen een knik. Hieruit alleen mag men naar onze mening niet concluderen, dat daar stap V begint. Zo'n knik kan immers ook betekenen, dat stap IV daar onhouwt, terwijl stap V reeds eerder begonnen was. Het is best mogelijk, dat deze knik er in de isochroon na rek ook is, maar dat ze niet gevonden is doordat na rek de relatieve nauwkeurigheid veel kleiner is.

Opmerkelijk is, dat de scheiding tussen stap III en IV na walsen zeker zo duidelijk is als bij de isochroon na rek ^{*}).

C. Bepaling van de sprongenergie na walsen in het temperatuurgebied van -50° tot 90°C .

1. Methode der hellingsdoorsnijding

Daar we niet a priori mogen aannemen, dat de sprongenergie van -50°C tot 90°C constant is, kozen we voor het bepalen van Q_m de methode van de stapjeskromme bij steeds hogere temperaturen.

^{*}) Als wij over "de isochroon na rek" spreken, bedoelen wij steeds die na $\pm 5\%$ rek en niet die na zeer kleine rek zoals in fig. 17.

Er werden 6 stapjeskrommen gemeten, waarvan er 4 te zien zijn in fig.22 en 23. De twee stapjeskrommen van fig.23 werden gemeten aan tegelijk gewalste draden, die samen aan één meetstok waren bevestigd. Dit werd gedaan om meer inzicht te krijgen in de oorzaak van de vrij grote spreiding in de gevonden waarden voor Q_m . De spreiding, die hier bij overeenkomstige bepalingen nagenoeg even groot was als voorheen, blijkt voornamelijk veroorzaakt te worden door fouten in het bepalen van de helling (s). Tijdens de isotherm bij $8,6^{\circ}\text{C}$ werden de potentiaalklemmen vaster aangedraaid, waarbij één meetdraad stukging.

De helling aan het begin en eind der isothermen werd meestal bepaald op de volgende manier: De helling van een kromme midden tussen twee meetpunten in werd verondersteld gelijk te zijn aan de rechte, die de twee meetpunten verbindt. Zo leveren 5 meetpunten van een isotherm 4 meetpunten voor de helling. Door deze waarden van de helling tegen de weerstand die bij deze punten behoort (tussen 2 meetpunten in) uit te zetten en de aldus ontstane kromme over een korte afstand te extrapoleren, werd de waarde van de helling aan het eind resp. begin van de kromme verkregen. Vaak gaf de logarithme van de helling als functie van Δp een rechte lijn, zodat extrapoleren gemakkelijker was. Enkele voorbeelden hiervan zijn weergegeven in fig.24. In andere gevallen was de helling als functie van de tijd of van Δp een betere rechte. Indien geen van deze gevallen een makkelijk te extrapoleren kromme opleverde, werd de helling bepaald door de raaklijn te trekken.

Een typerend voorbeeld voor de spreiding in Q_m wanneer verschillende extrapolatie-methodes gebruikt werden voor een zelfde meting is gegeven in tabel 3

extrapolatie methode	Q_m
$\log \frac{dp}{dt} = f(\rho)$	0,68 eV
$\log (\log \frac{dp}{dt}) = f(\rho)$	
rechte zo goed mogelijk door alle meetpunten	0,68 eV
rechte door laatste 2 meetpunten	0,73 eV
$\frac{dp}{dt} = f(t)$	0,67 eV

Tabel 4

Voorbeeld van spreiding in Q_m bij verschillende extrapolatie methodes.

Dit voorbeeld correspondeert met de eerste Q_m bepaling van de bovenste stapjeskromme uit fig.22.

Fig.26 geeft tenslotte een overzicht van de gevonden waarden voor Q_m . Hierin zijn alle slechte bepalingen (b.v. de in fig.23 tussen haakjes geplaatste waarden) niet opgenomen. Voor het geval van (0,99 eV) uit fig.23 laten we in fig.25 zien, waarom deze bepaling waardeloos is. De isotherm bij 68,8°C kan behalve zoals hij getekend is in deze figuur (of zoals in fig.23) ook zodanig getekend worden, dat haar helling in A oneindig is, waardoor de gevonden Q_m oneindig zou zijn.

Het enige dat uit deze bepaling geconcludeerd mag worden is, dat $Q_m > 0,55 \text{ eV}^*)$. Dat aldus de gevonden Q_m te veel afhankelijk is van de manier van extrapoleren bleek voor al onze bepalingen bij hogere temperatuur min of meer het geval, zodat deze niet opgenomen zijn in fig.26. Deze bepalingen in het einde van stap III deden echter wel vermoeden, dat Q_m daar een hogere waarde had.

2. De isothermen-methode

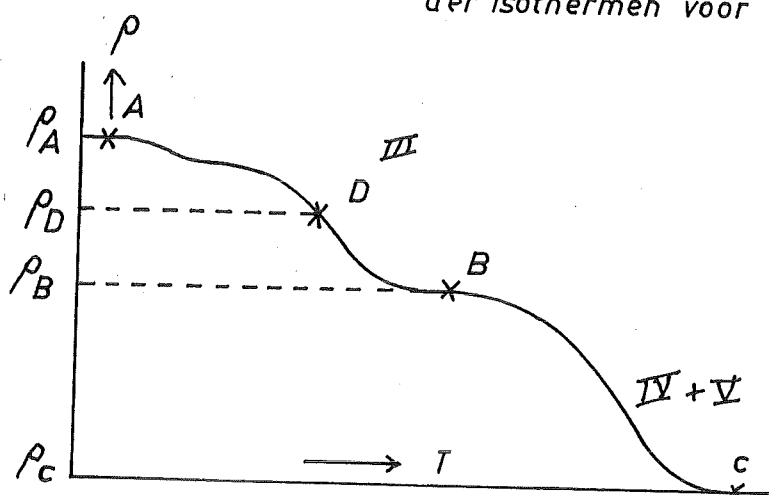
Teneinde meer te weten te komen over de sprongenergie in het einde van stap III werd in dit gebied Q_m bepaald met de isothermen methode. Een lange Pt-draad van 0,5 mm diameter werd gewalst en in stukken geknipt ~~xx~~); dit alles onder vloeibare stikstof. De draden werden allen tegelijk continu opgewarmd tot -20°C en daarna 10 minuten hersteld op 0°C en op 20°C . Daarop werden de draden onder vloeibare stikstof bewaard totdat ze nodig waren voor het meten van de isothermen van fig.27. Daar het begin van stap III ons toch niet interesseerde, werd elke draad, voordat de isotherm gemeten werd, 35 minuten hersteld in een vertrek met een constante temperatuur van $(20,5 \pm 0,3)^\circ\text{C}$, gedurende welke tijd de meetdraad in de meetstok gemonteerd kon worden. Van het lastige monteren onder vloeibare stikstof waren we nu af. (Bij deze metingen werd de meetstok met potentiaalklemmen uit fig.13c gebruikt).

*) Dit voorbeeld is een extreem geval, doordat de isotherm bij $68,8^\circ\text{C}$ te weinig meetpunten heeft en doordat de laatste 3 meetpunten op een rechte liggen.

~~xx~~*) $\frac{41}{1}$ van deze stukken vertoonde toch nog een tamelijk grote spreiding (zie fig.27a).

isochroon; D stelt het beginpunt
der isothermen voor

Fig. 28-a



Bij het weergeven van een serie isothermen (zoals b.v. in fig. 27a) in een grafiek, noemt men gewoonlijk het totale herstel der stap 100%. Bij een serie isothermen van stap III in fig. 28a wordt dan dus $\rho_A - \rho_B$ gesteld op 100%. Dit komt er op neer, dat men voor al de isothermen de punten A en B als "vergelijkingspunten" kiest. Daar in ons geval ρ_A onbekend is konden wij punt A (in fig. 28a) niet als vergelijkingspunt kiezen. Ook het punt D (het beginpunt der isothermen) willen we liever niet als vergelijkingspunt nemen, daar het midden in een steile herstelstap ligt. Wij kozen daarom de punten B en C als vergelijkingspunten, respectievelijk behorende bij ρ_B en ρ_C . ρ_B is de soortelijke weerstand na 30 minuten herstel op $89,5^\circ\text{C}$ en ρ_C die na 30 minuten herstel op 500°C (alle extra weerstand is dan hersteld). We stelden $\rho_B - \rho_C$ op 89,02%, waardoor ρ_d (de ρ bij het begin der isothermen) in de buurt van 100% kwam te liggen. $\rho_B - \rho_C$ noemen we $(\Delta\rho_0)^1$. Ter controle hebben we twee isothermen gemeten bij dezelfde hersteltemperatuur. Zie fig. 28b. Deze twee isothermen werden tegelijk gemeten (de twee meetdraden waren aan één meetstok bevestigd). We zien dat, uitgezonderd in het begin, de isotherm redelijk reproduceert.

De isothermen van fig.27a zijn volledig met de meetpunten weergegeven in fig.27b. Alleen doorsnijdingen binnen het in fig.27a met stippellijnen aangegeven gebied bleken in fig.29 punten te leveren, die redelijk op een rechte lagen.

In fig.30 wordt tenslotte aangegeven in welk gebied van de isochoon van gewalst Pt de verrichte Q_m bepalingen thuis horen. In het einde van stap III blijkt de sprong-energie hoger te zijn (0,78 eV) dan in de rest van stap III (0,66 eV). Fig.29 levert ons weliswaar een constante waarde voor Q_m , maar daar volgt niet uit, dat Q_m in het gehele einde van stap III constant is, daar bij ons de isothermen methode beperkt bleef tot een zeer smal gebied. Voor een founten-duscussie wordt verwezen naar [22].

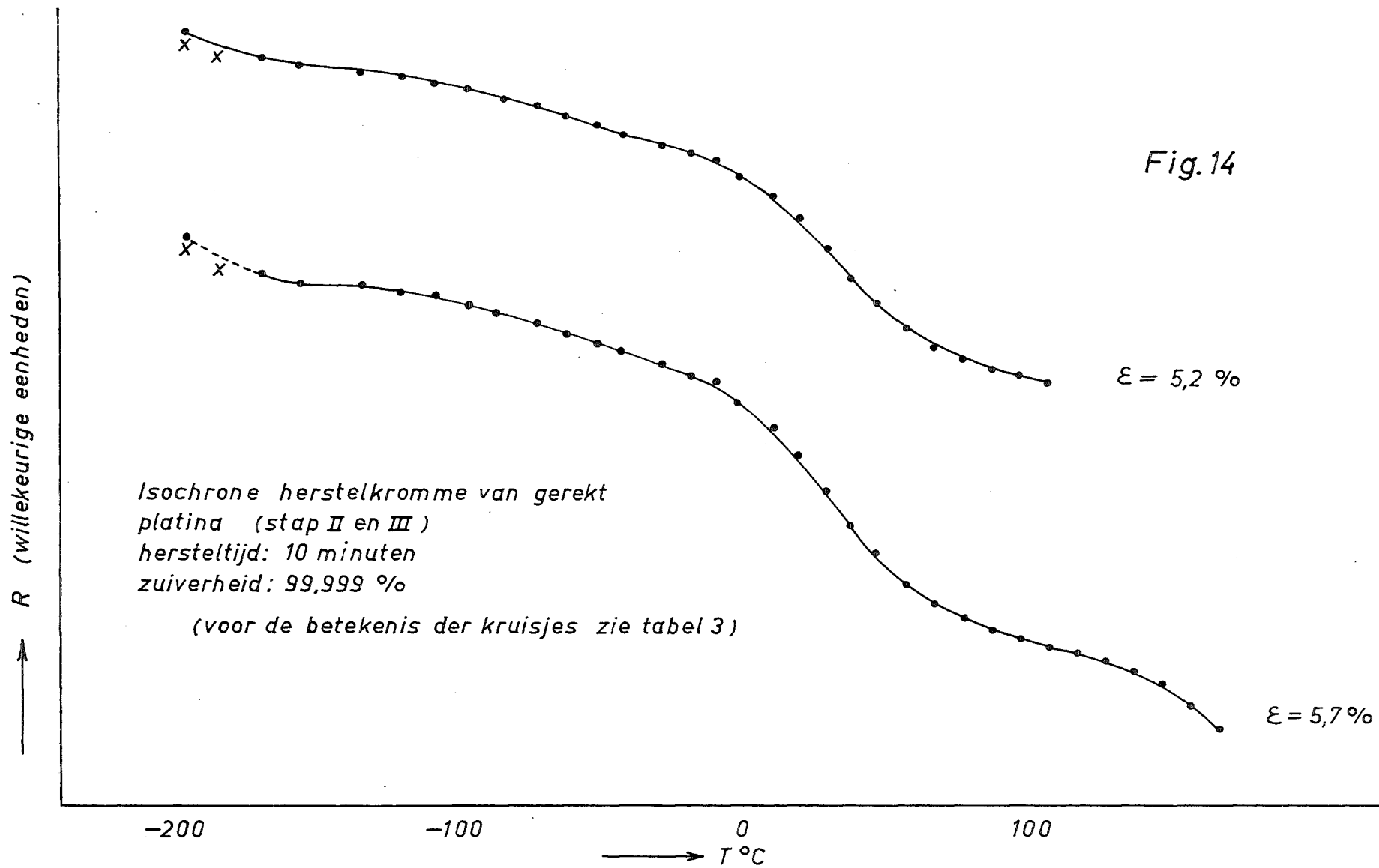


Fig. 15

Isochrone herstelkromme van gerekt platina (stap IV en V)
hersteltijd 10 minuten
zuiverheid: 99,999 % (diameter draad: 0,5 mm)
 $\varepsilon = 2,8 \%$

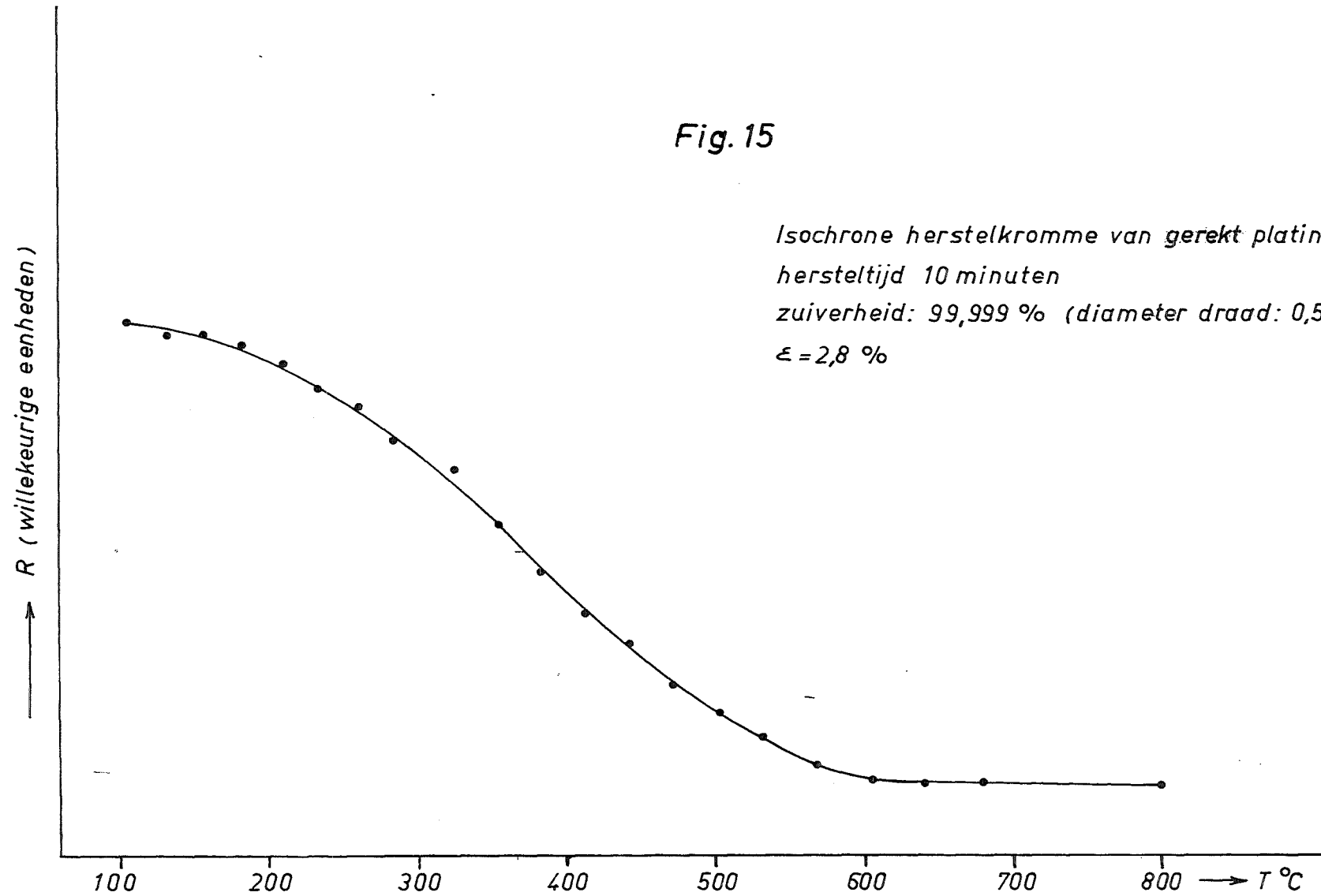


Fig. 16

isochronen gemeten aan draad van
verschillende zuiverheden

(voor de betekenis der kruisjes zie tabel 3)

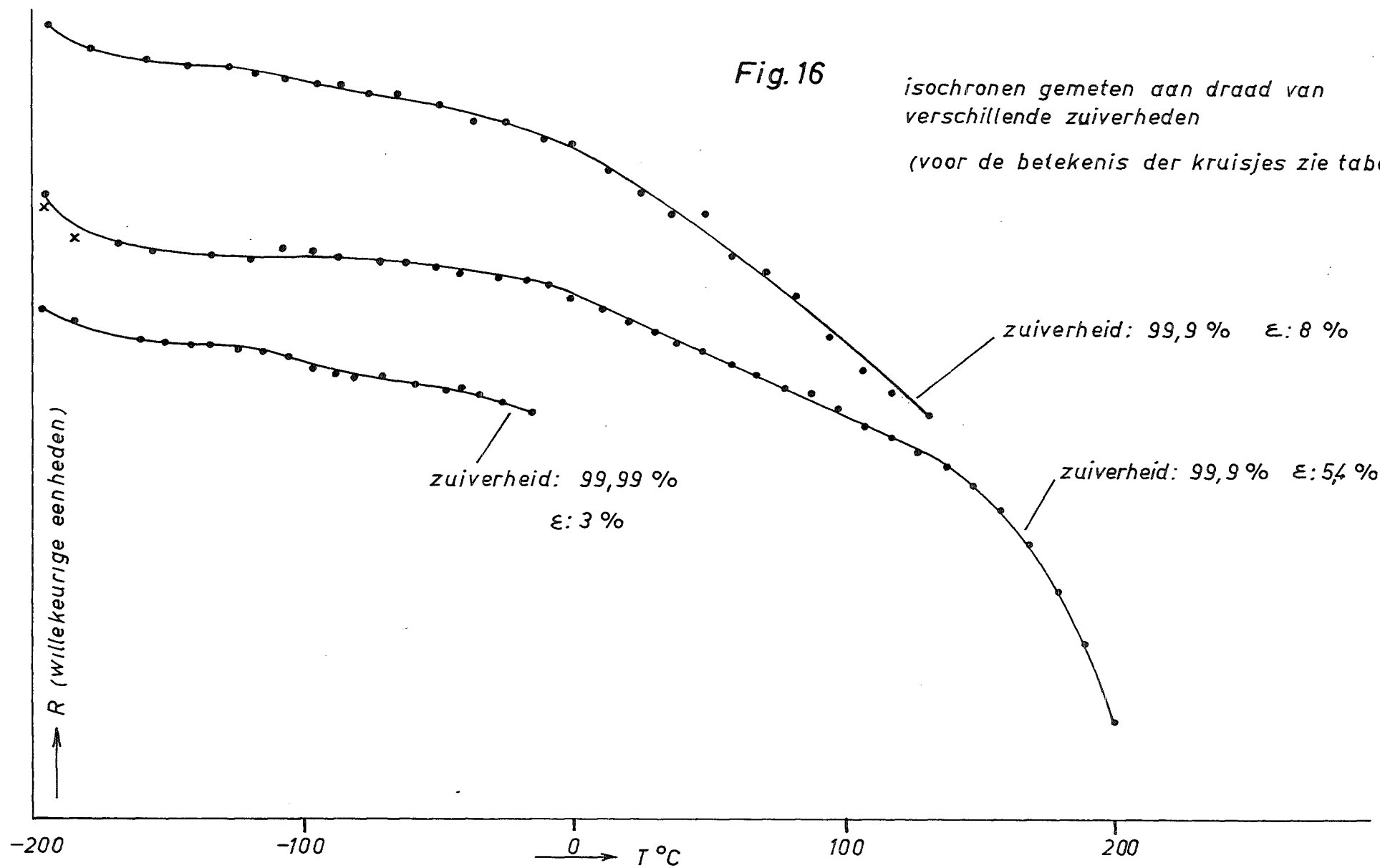


Fig. 17 Isochronen na lage rek

- 1 ---•---•--- zuiverheid: 99,9% ; $\varepsilon = 0,4\%$
 2 ---x---x--- zuiverheid: onbekend; $\varepsilon = 1,4\%$
 3 ---•---•--- zuiverheid: 99,999% $\varepsilon = 0,8\%$

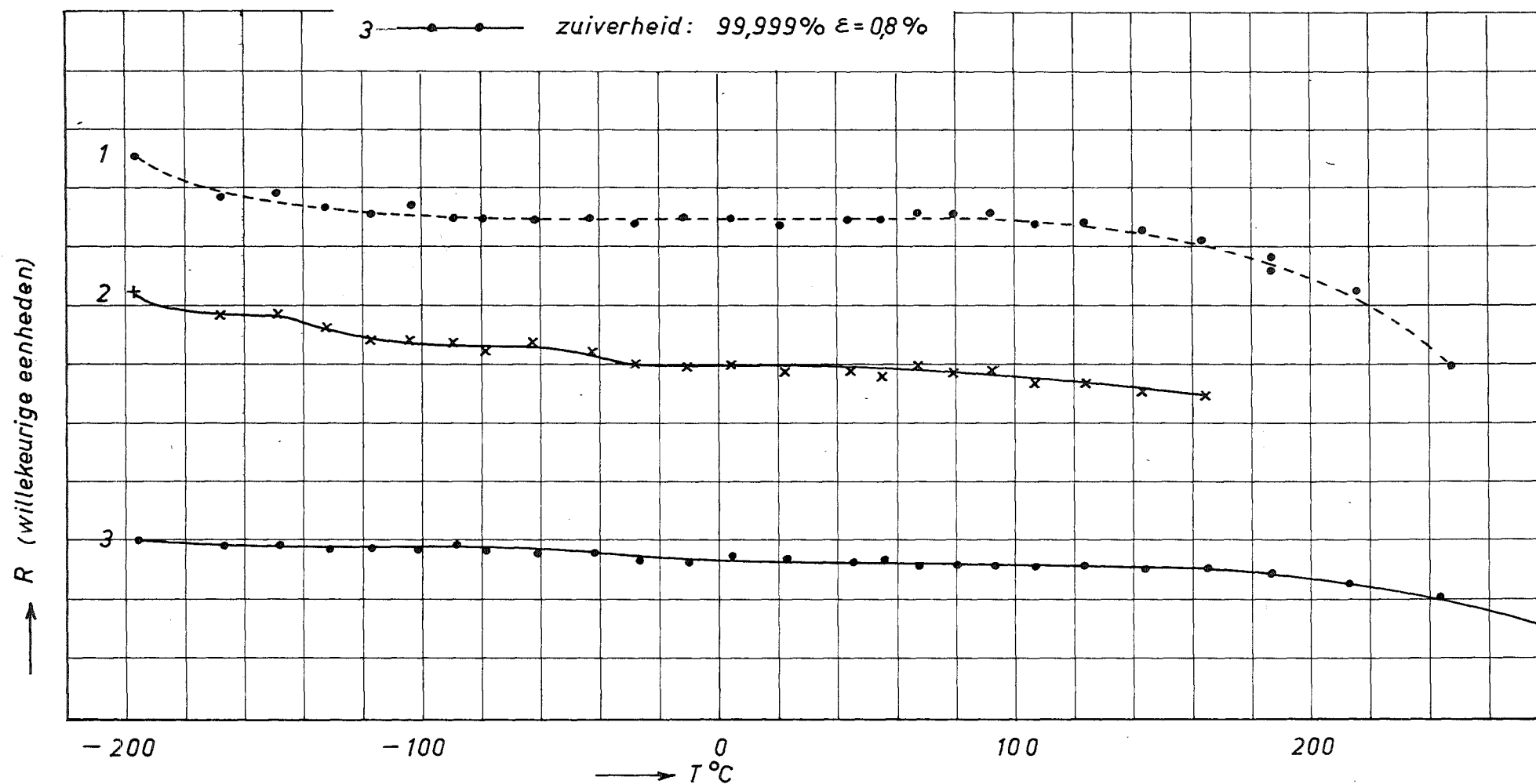
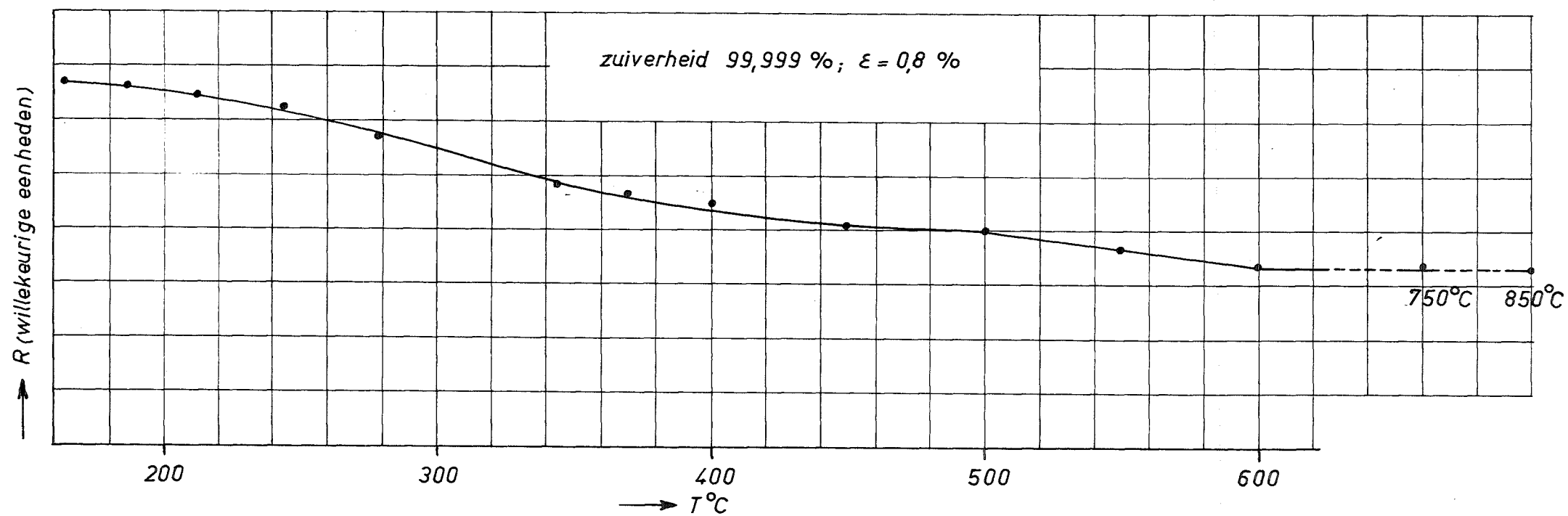


Fig. 18 Isochroon na lage rek

deze figuur is het vervolg van de kromme 3 uit fig. 17



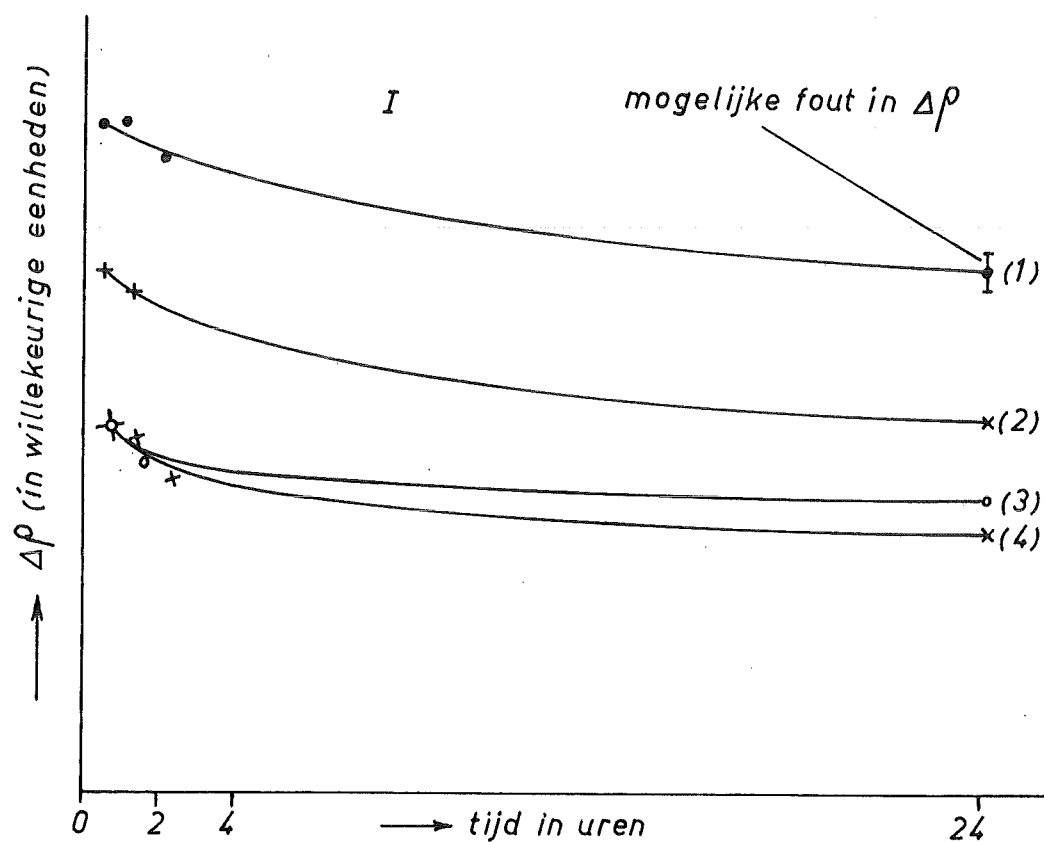


Fig.19

isothermen in vloeibare stikstof
rek $\approx 5,5\%$

no	zuiver- heid	herstel in vloeibare N_2 gedurende 24 uur	herstel in vloeibare O_2 gedurende 7 uur
(1)	99,9 %	4 x mogelijke meetfout	9 x mogelijke meetfout
(2)	onbekend	4 x " "	12 x " "
(3)	99,999%	2 x " "	6 x " "
(4)	99,999%	3 x " "	8 x " "

Tabel 3

herstel in vloeibare N_2 en O_2
(dit herstel is in fig 14 en 16 met kruisjes aangegeven)

isochronen van gewalst pt (hersteltijd 10 minuten)

$$\frac{\Delta l}{l} = 180\%$$

$$\frac{\Delta l}{l} = 65\%$$

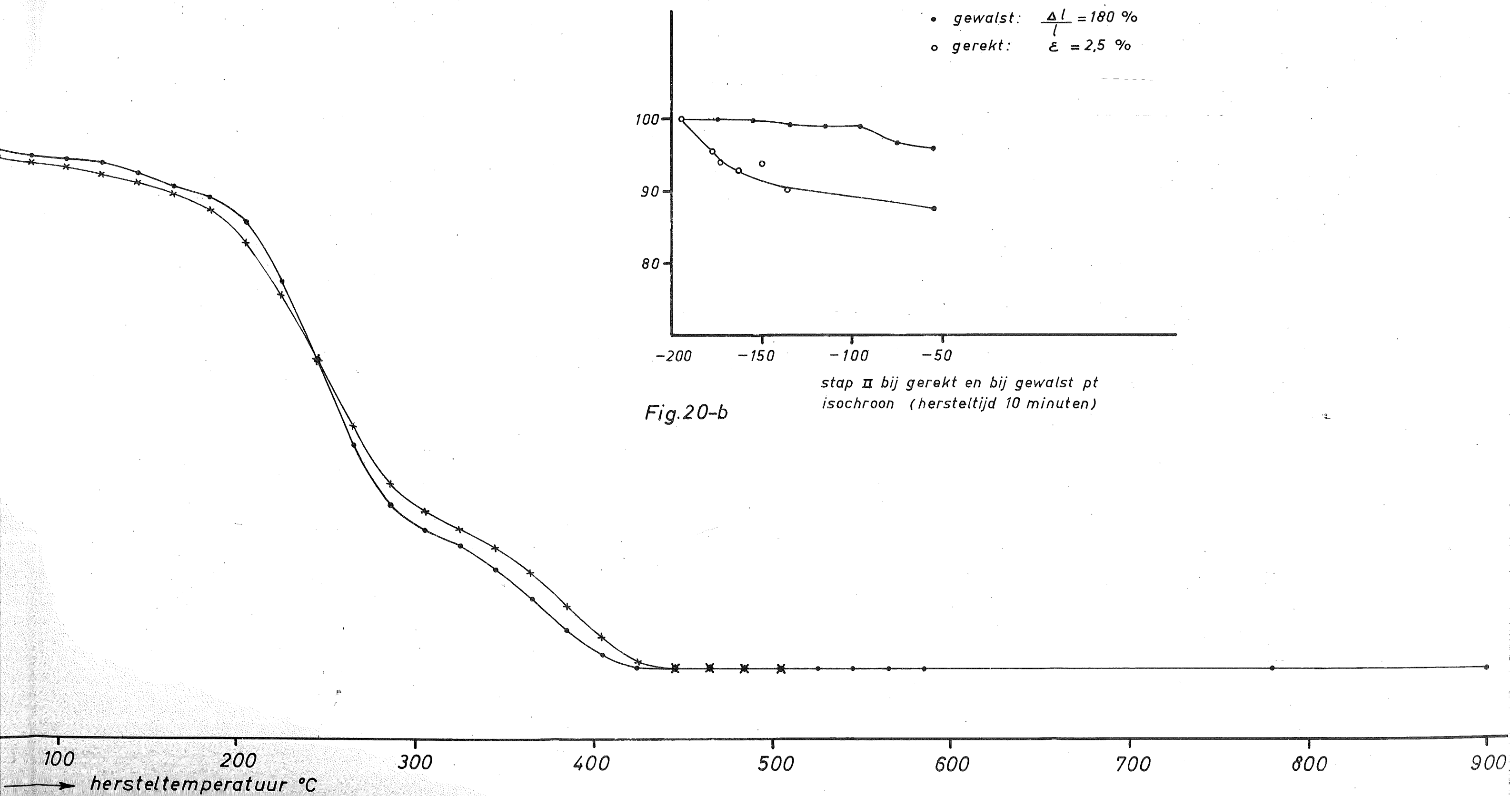
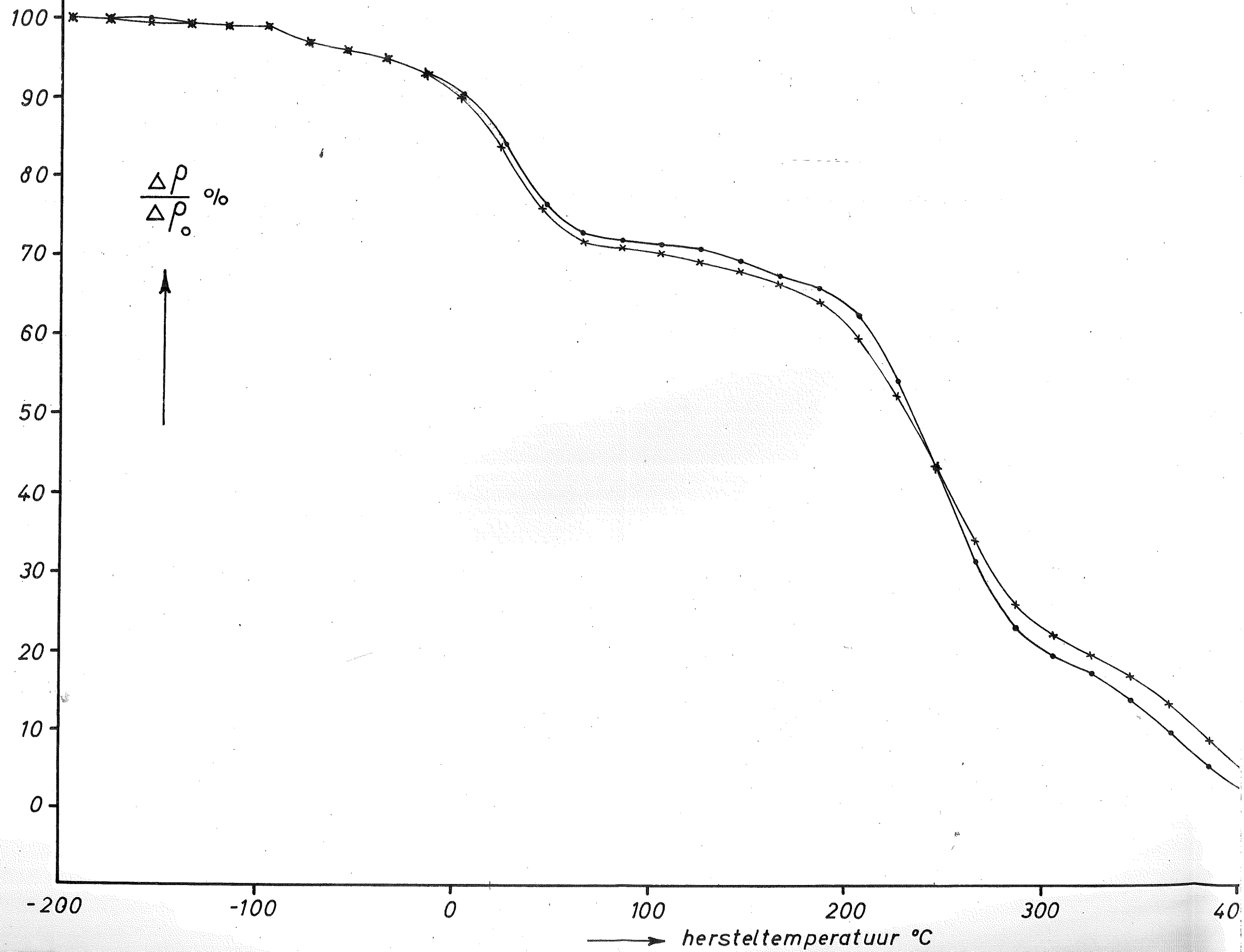


Fig.20-a isochronen van gewalst pt (hersteltijd 10 minuten)

• $\frac{\Delta l}{l} = 180\%$

x $\frac{\Delta l}{l} = 65\%$



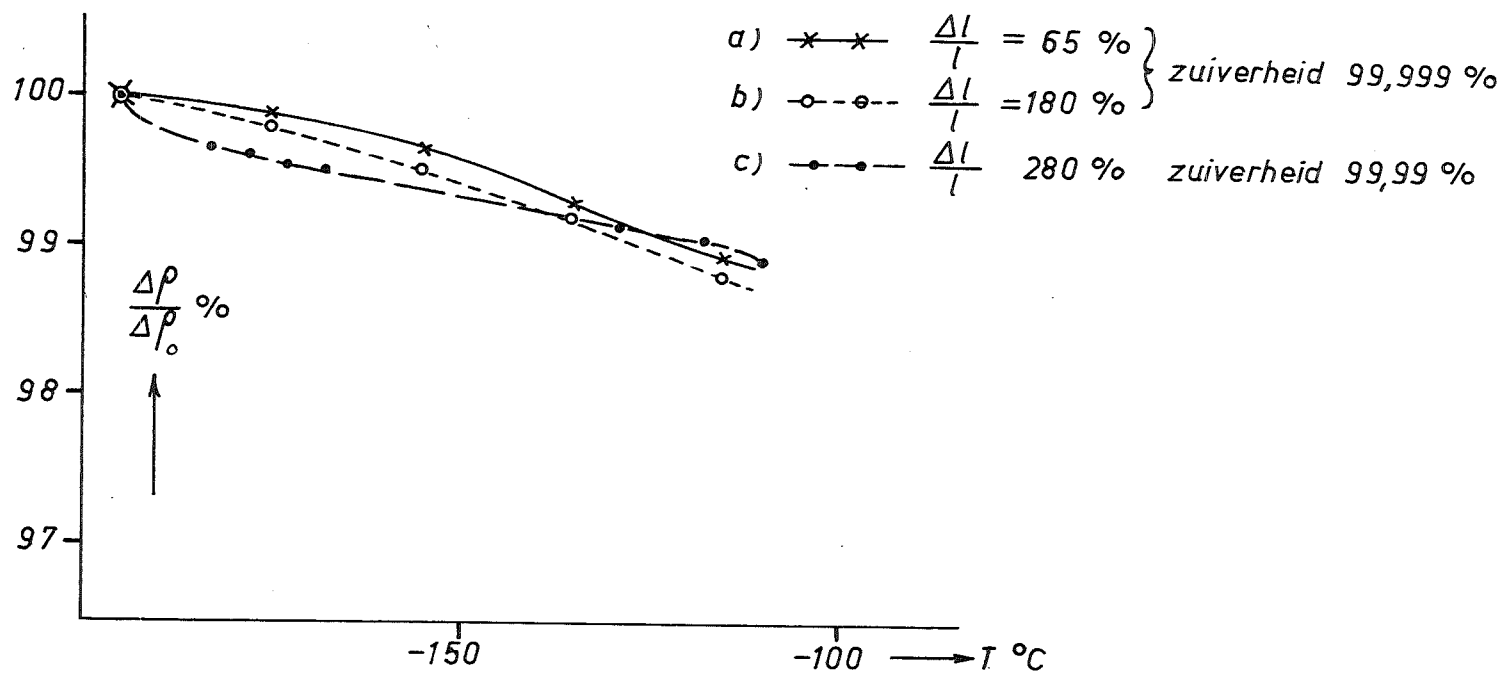
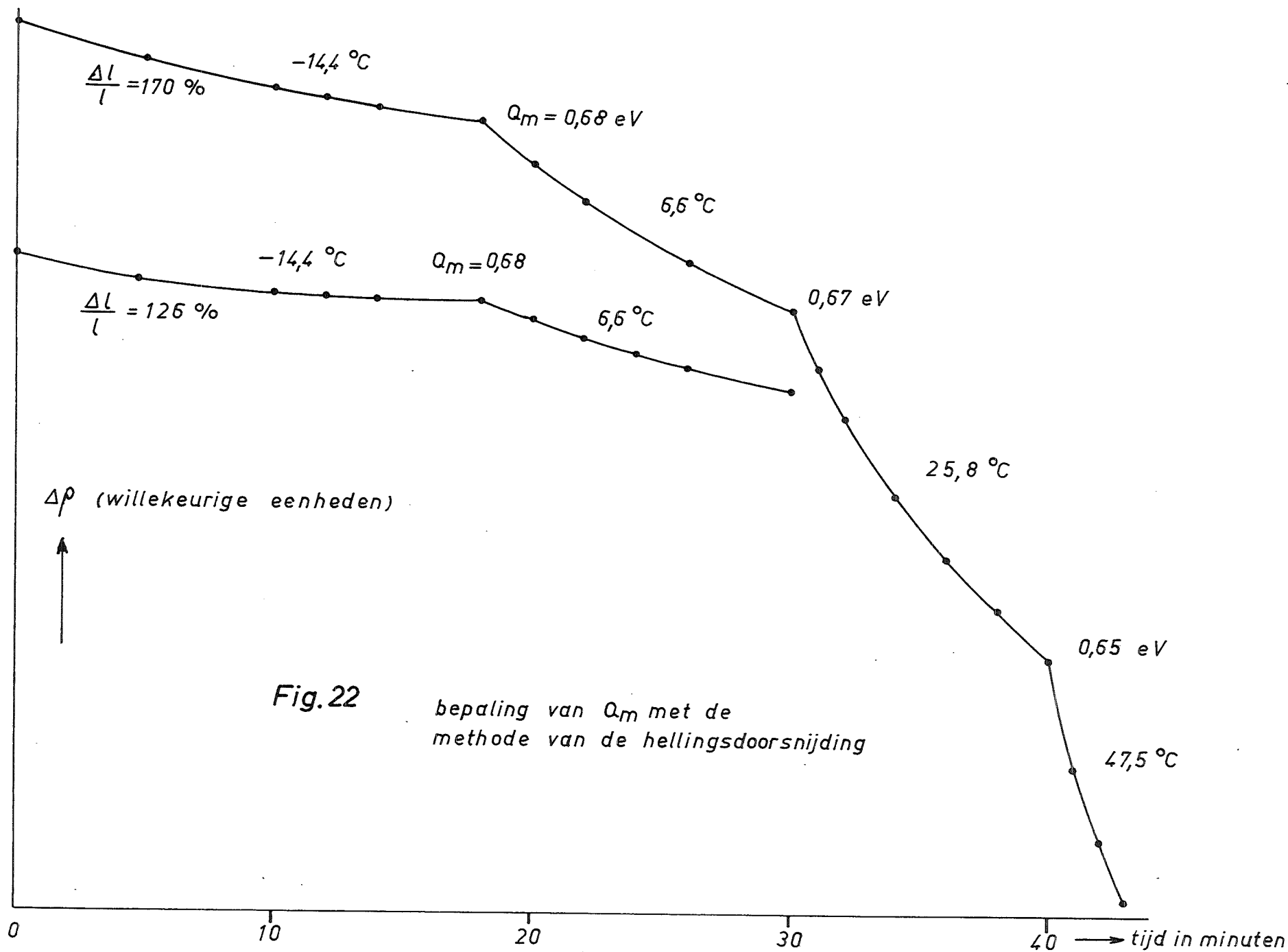
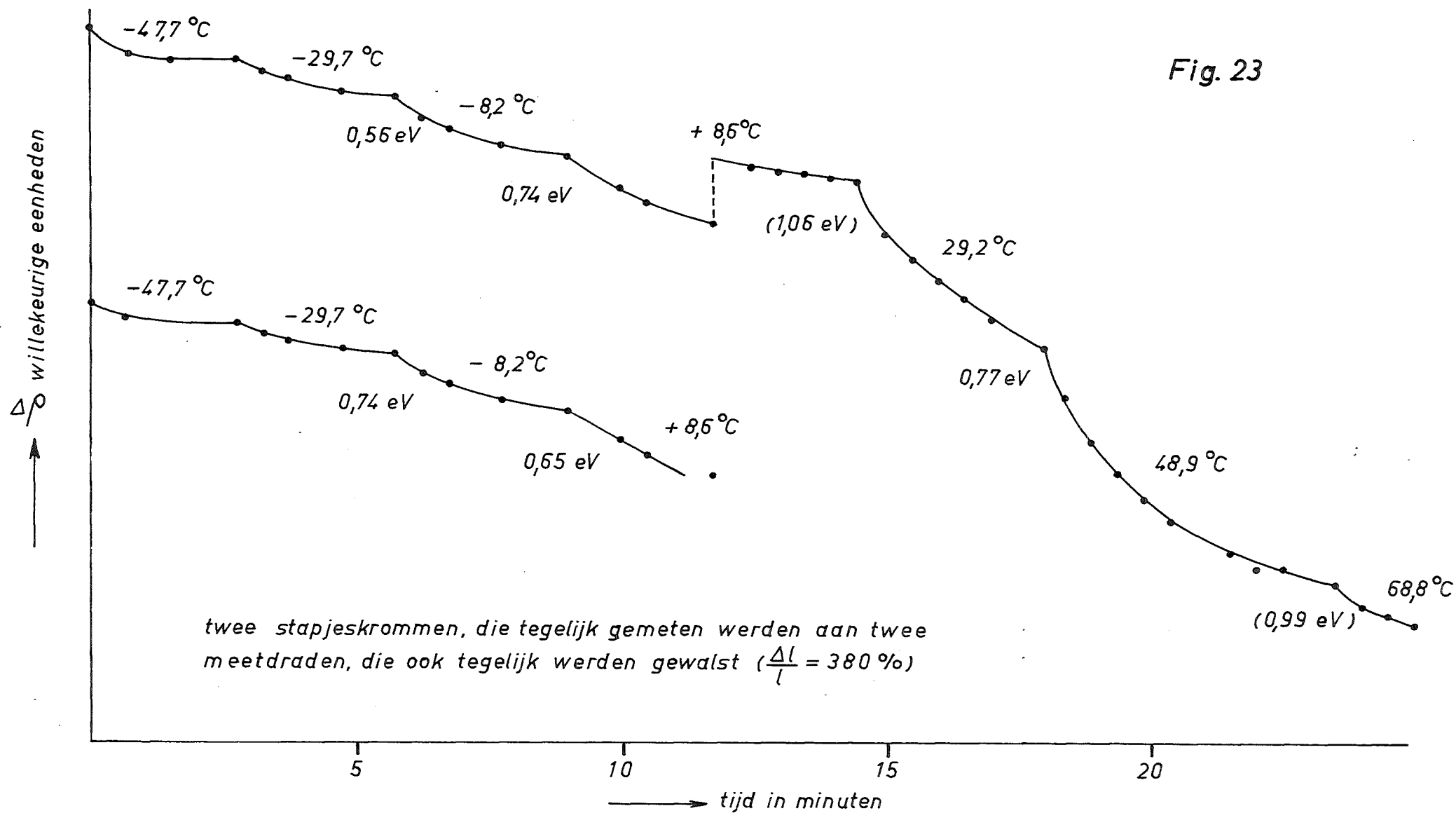


Fig. 21

isochroon herstel beneden -110°C na walsen
in vloeibare N_2

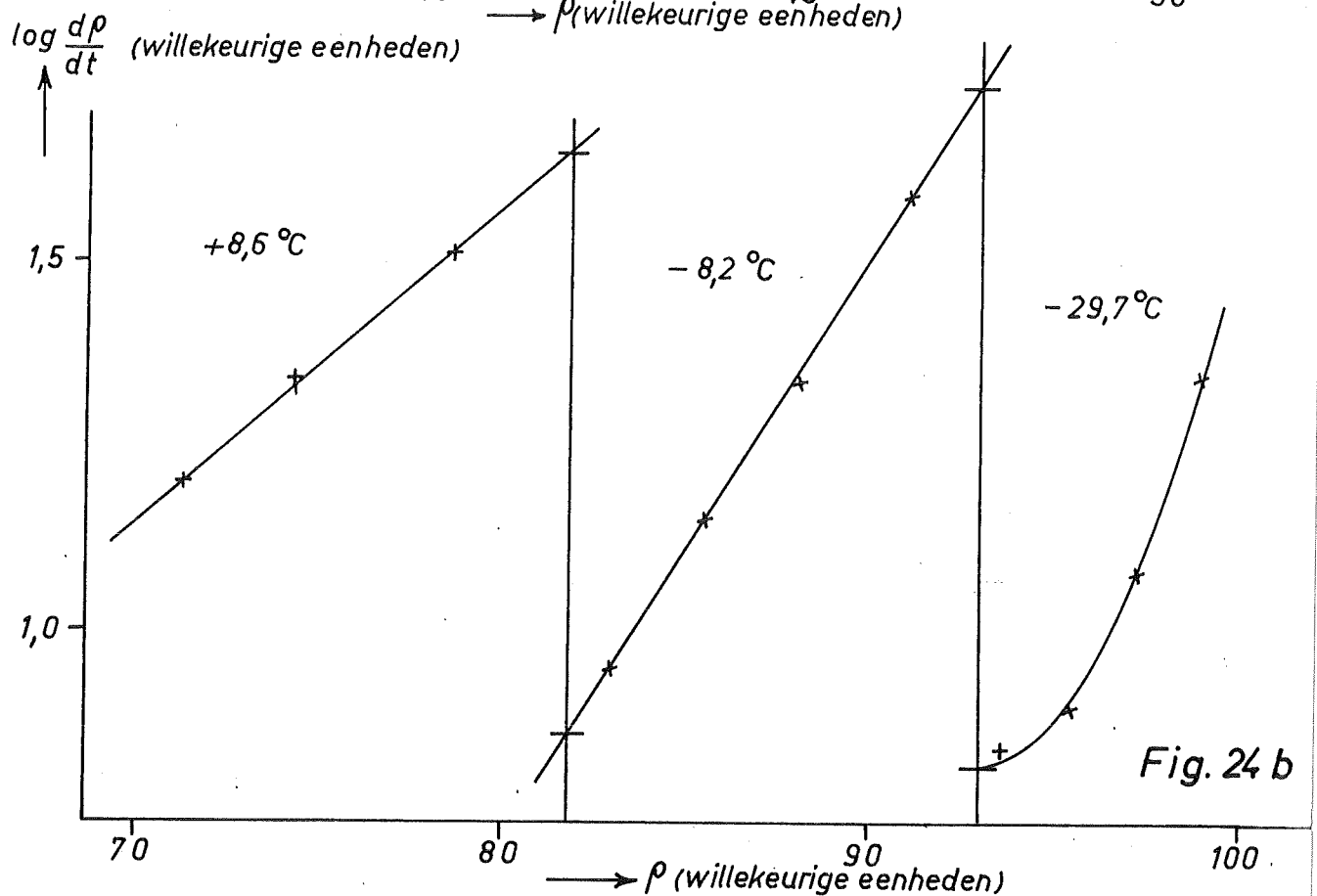
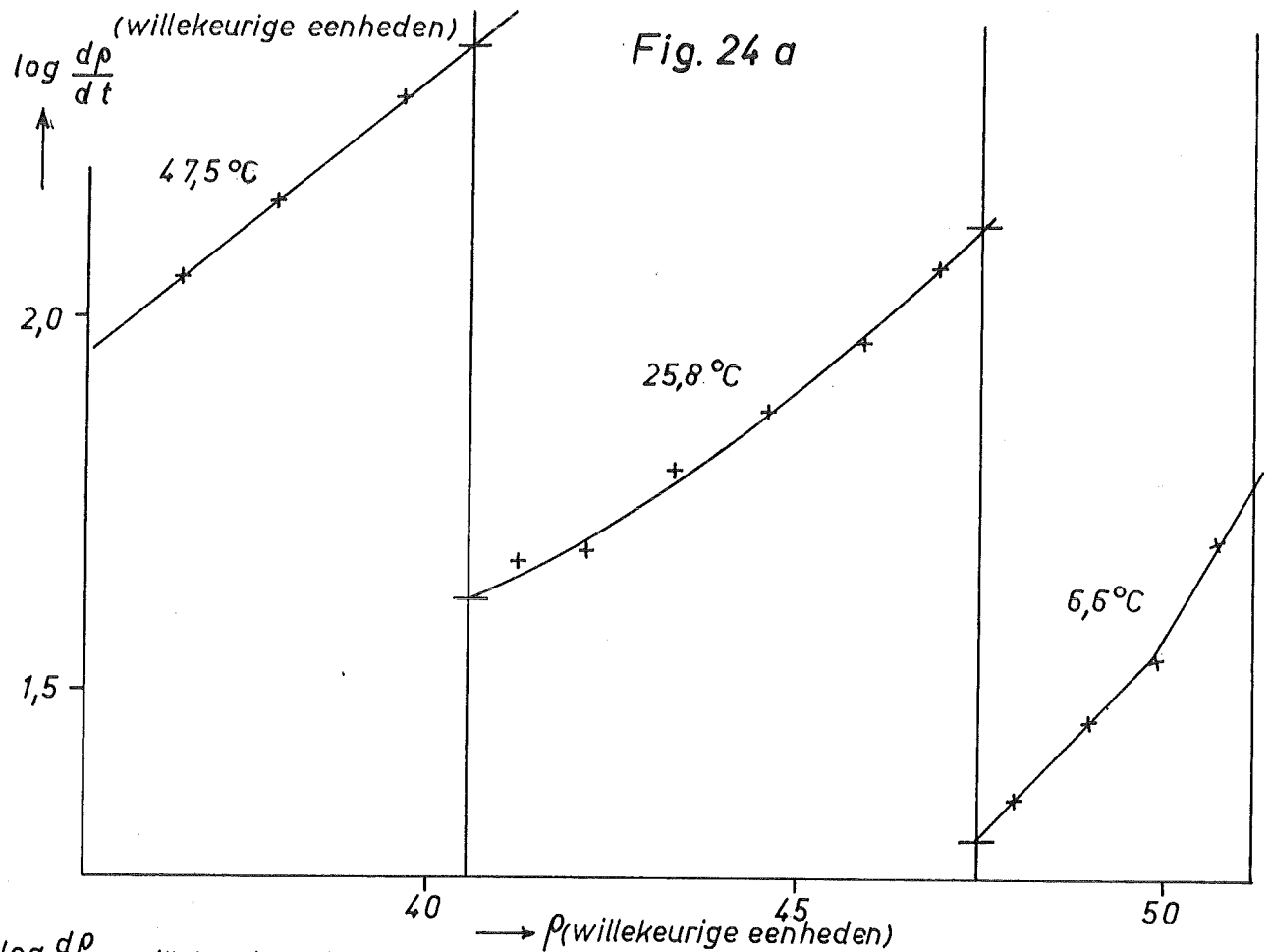




Amerik. p. 8. en 13. Bij de reactie op p. 8 wordt gezegd dat de isothermenmethode alleen goed is als q een functie is van de herschiktheid. Op p. 13 zegt men dat de helling doorsnijdingsmethode goed is omdat de draad q constant is. Is deze methode niet als q een functie van het herschel is?

p. 15. 1^{ste} zin. Maar dit niet zijn: als $T_2 \gg T_1$? Als er weinig verschil is tussen T_2 en T_1 , zal toch de helling tussen B en D ook niet veel veranderen?

p. 45. Voor stap III begin en eind wordt gevonden respectievelijk 0,70 eV. Zijn deze waarden duidelijk voldoende groot zijn de foutengrenzen?



Bepaling van de helling aan het eind (S_1), respectievelijk begin (S_2) van twee opeenvolgende isothermen door extrapolatie. De log van de helling gevonden voor een punt midden tussen twee meetpunten is uitgezet tegen de weerstand in dat punt.

Bij de elektrische weerstand, behorend bij een punt, waar de hersteltemperatuur verandert van T_1 naar T_2 is een verticale lijn getrokken. De afstand tussen de snijpunten van de twee opeenvolgende isothermen met deze lijn is gelijk aan $\log \frac{S_2}{S_1}$. Fig. 24 -a behoort bij de bovenste serie isothermen van fig.-22; fig.24-b bij de bovenste van fig 23.

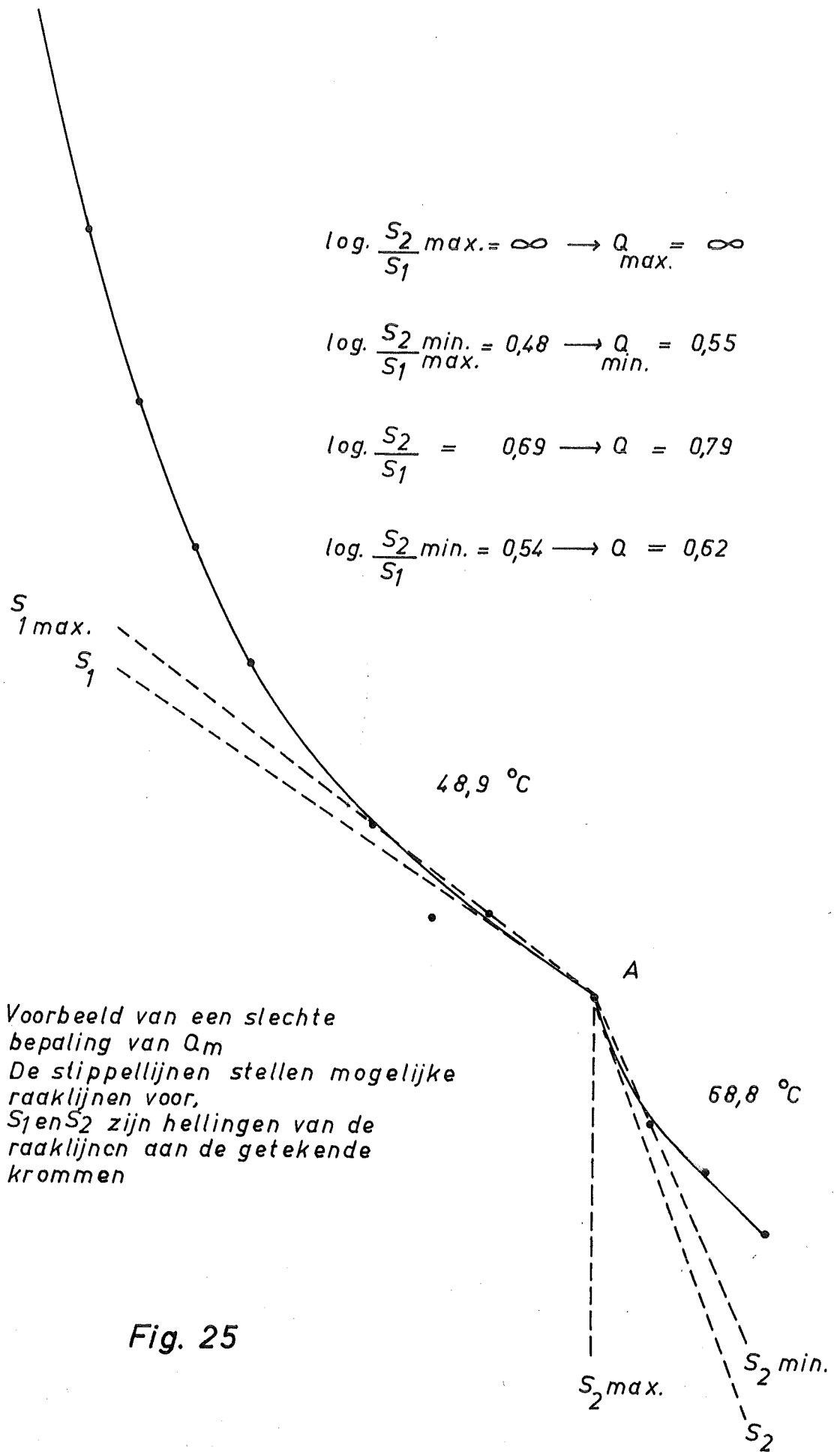


Fig. 25

Fig. 26

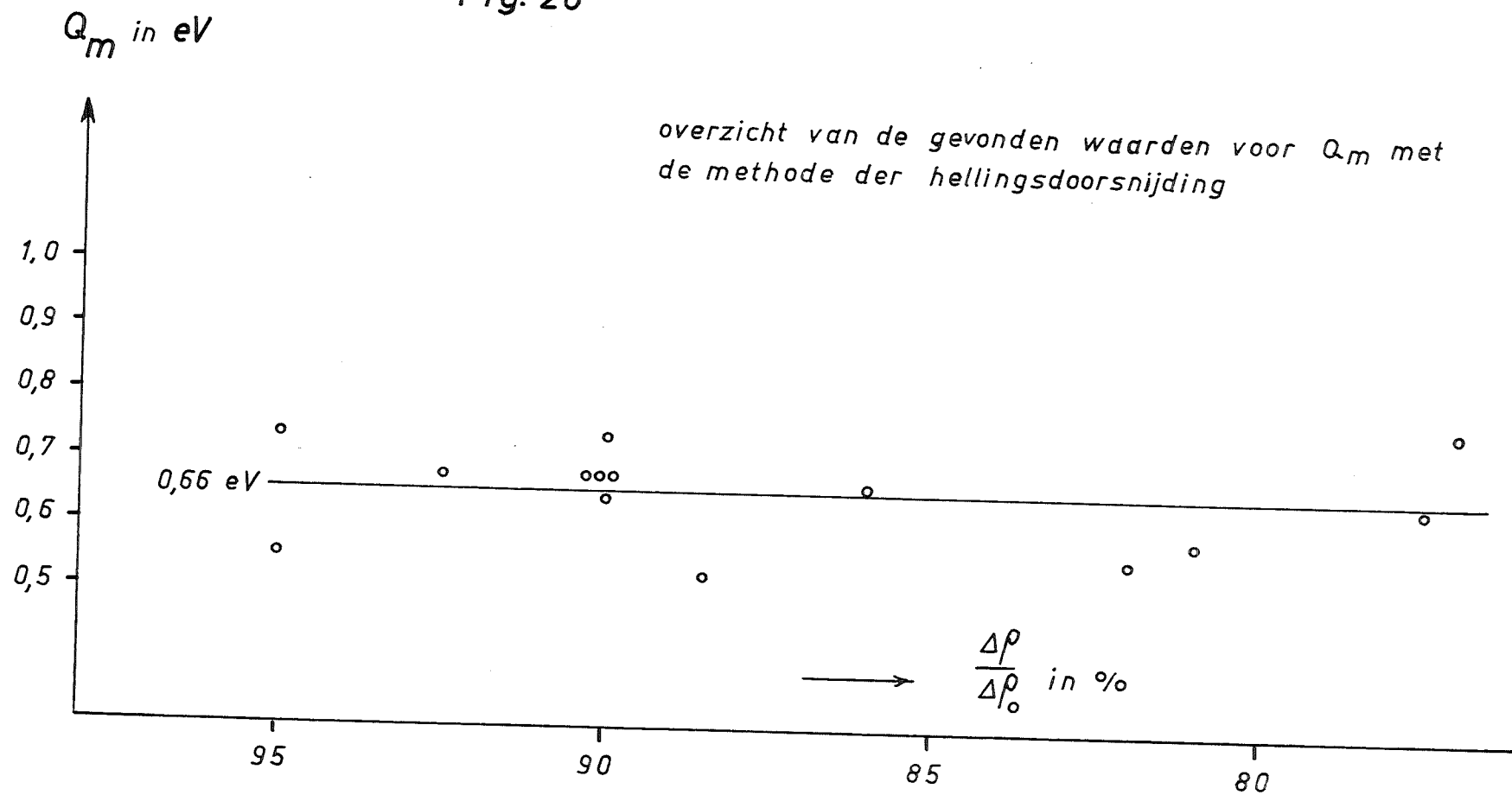
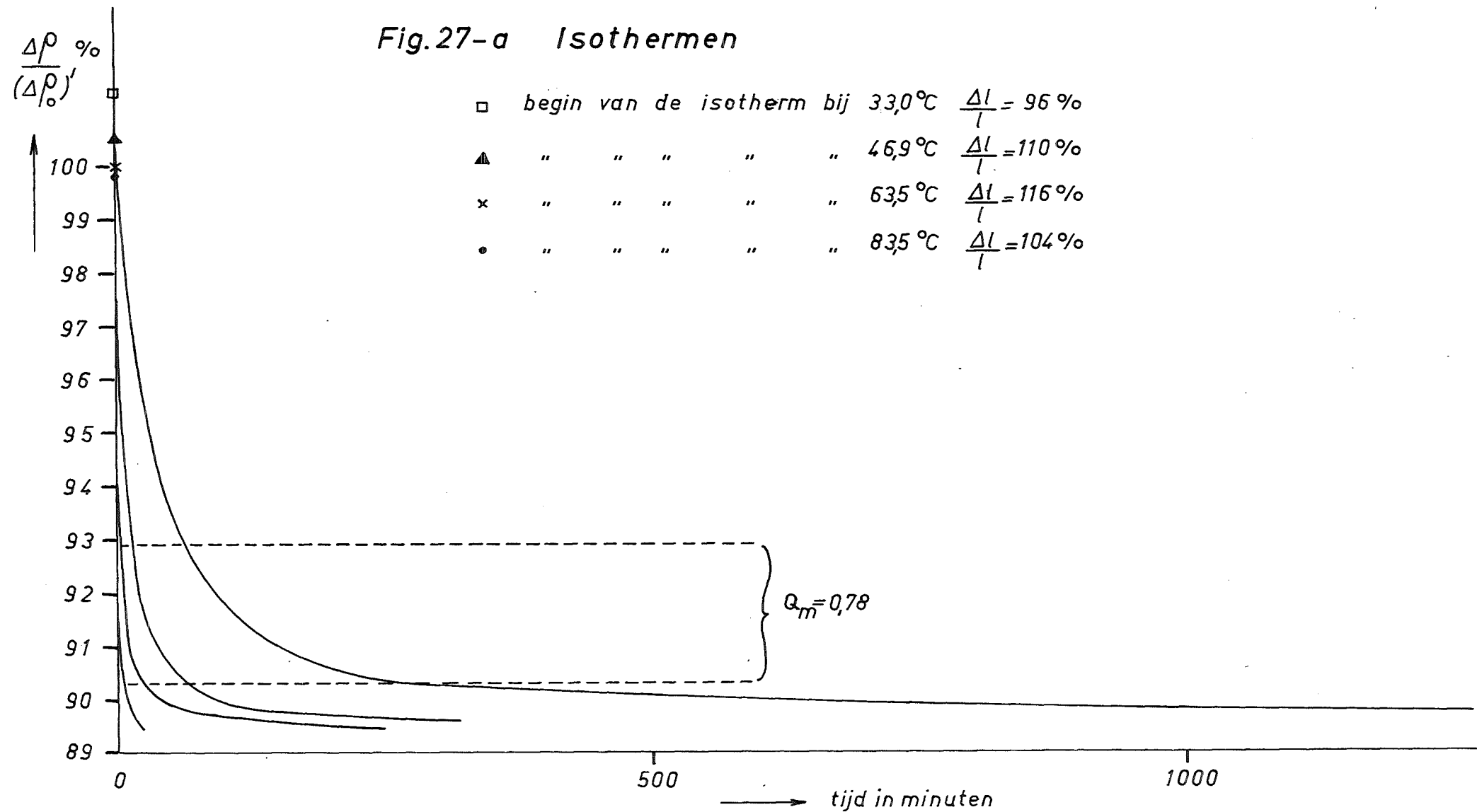


Fig.27-a Isothermen



de isothermen van Fig. 27-a met meetpunten
(tijd-as logaritmisch)

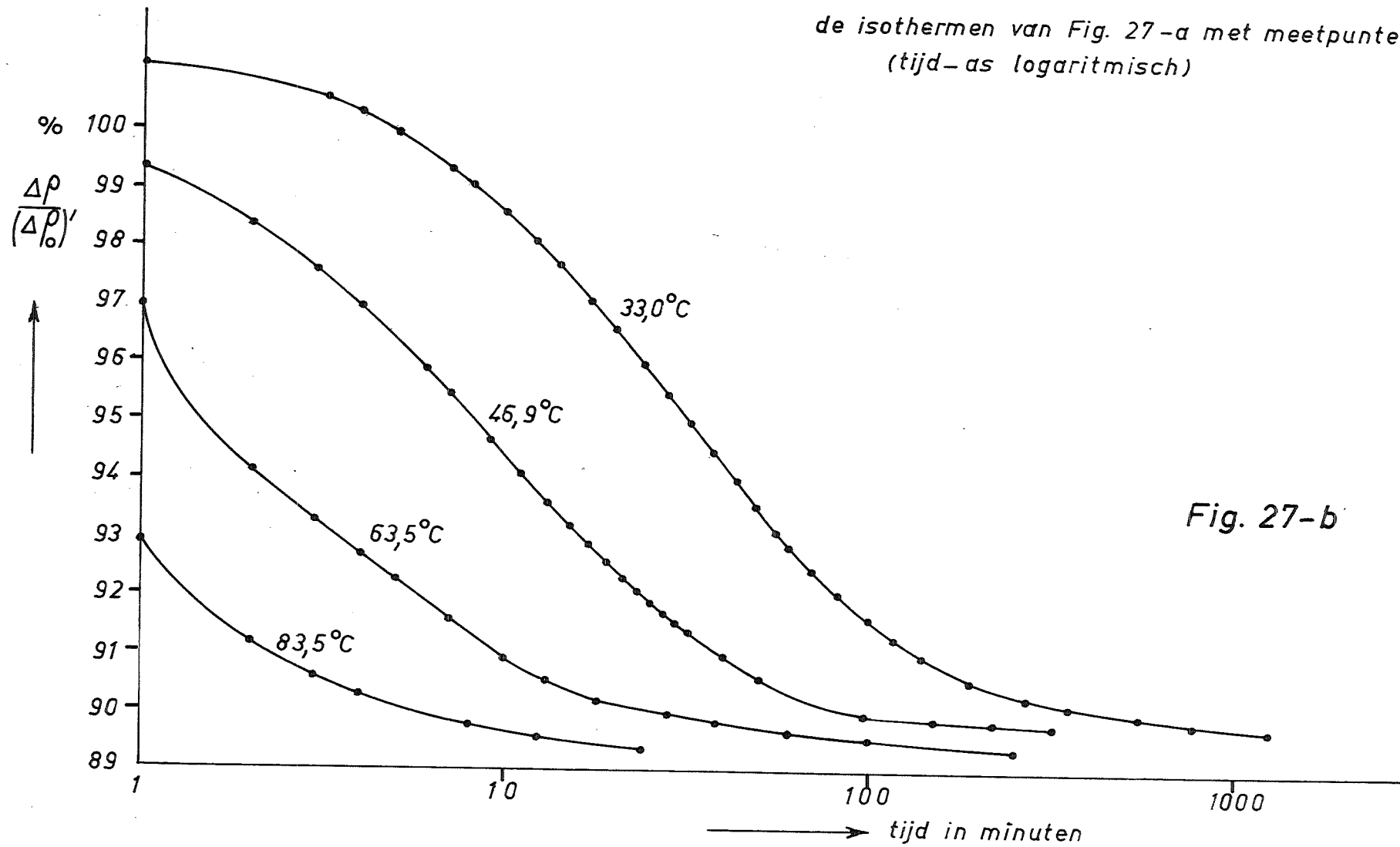
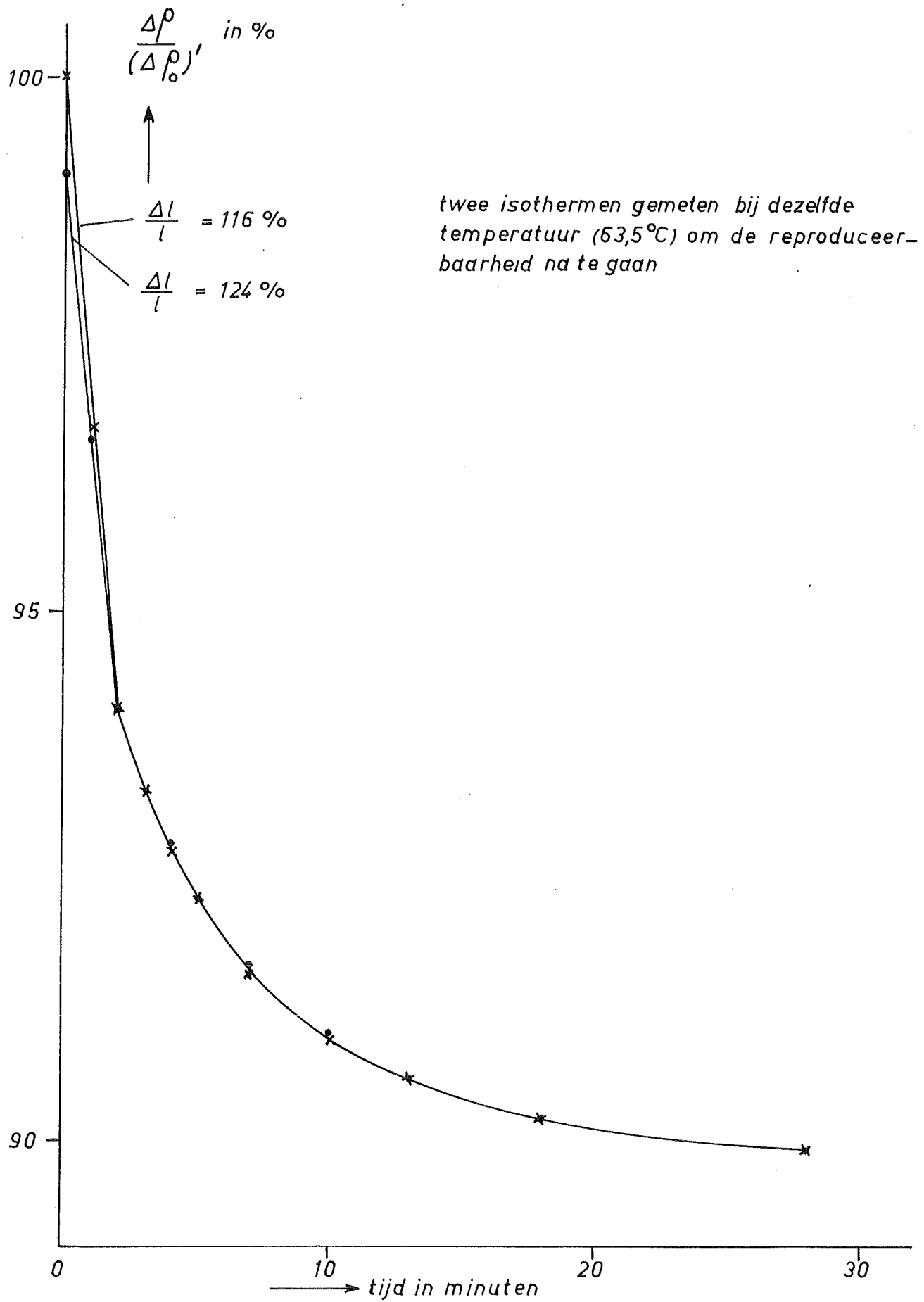


Fig. 27-b

Fig. 28-b



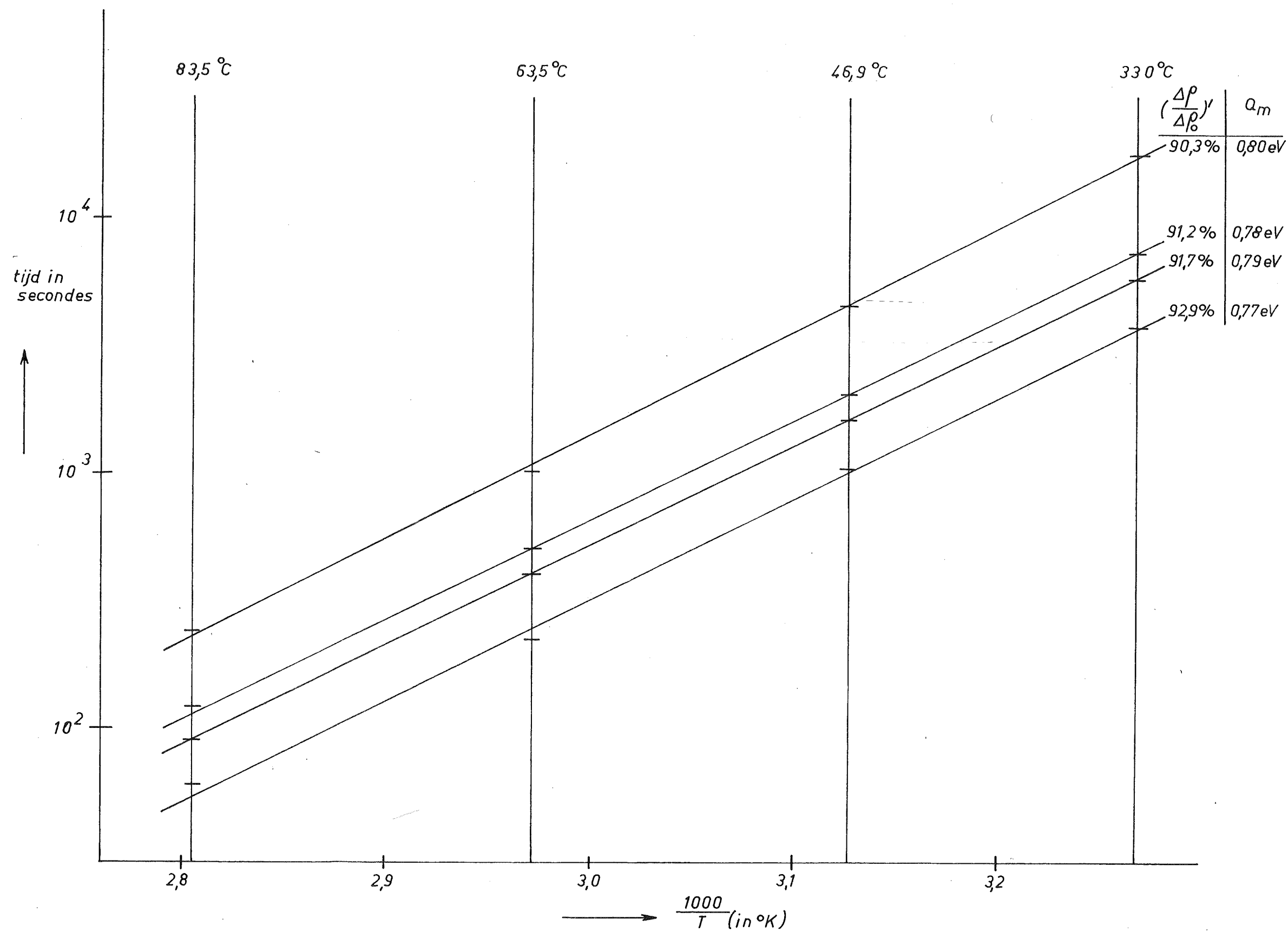
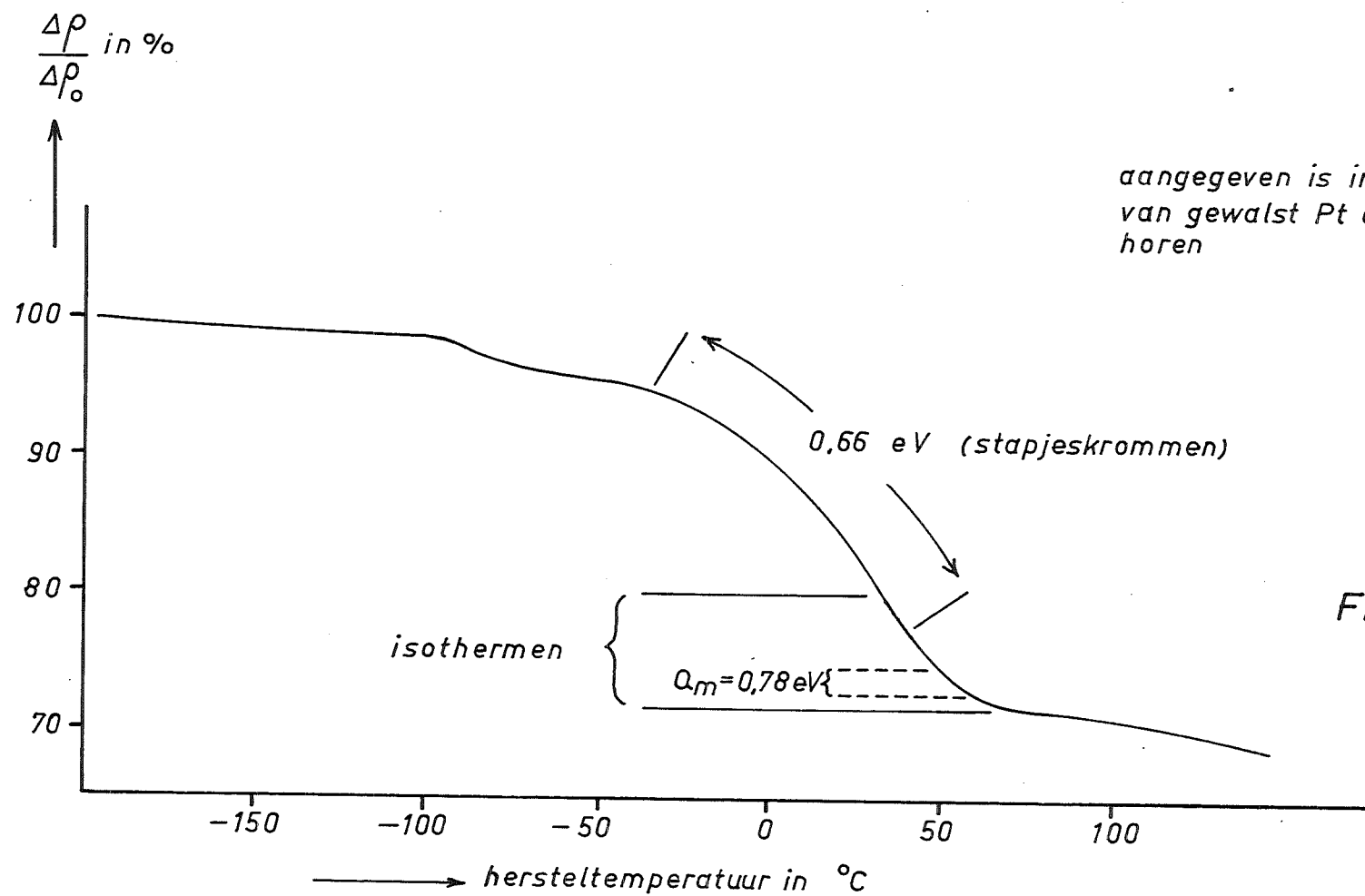


Fig. 29

Bepaling van Q_m uit de isothermen van fig. 27.
De helling van de rechten is een maat voor Q_m
 $Q_m = 0,78$ eV



aangegeven is in welk gebied van de isochroon
van gewalst Pt de verrichte Q_m bepalingen thuis
horen

Fig. 30

VI Bespreking van de meetresultaten en vergelijking met de literatuur

A. Vergelijking van het herstel na rek van Pt met dat van Rh

In tabel 5 vergelijken we het herstel na rek van platina met dat van rhodium, gemeten door van Kuijk [18]. De gegevens voor Pt in deze tabel zijn mede afgeleid uit de resultaten van een voorgaand onderzoek [11] en uit metingen van Piercy. Ter vergelijking hebben we in deze tabel ook het herstel van gerekt Cu opgenomen (afgeleid uit metingen van Manintveld en Berghout). Van Kuijk heeft de metingen aan Rh verricht aan draad met een opgegeven zuiverheid van 99,999% en een rek van 5,5%.

Bij Rh zijn stap IV en V duidelijk gescheiden, bij Pt is dat niet het geval. Verder vindt van Kuijk bij Rh een duidelijke 3 voudige fijnstructuur in stap II. Bij dezelfde opgegeven zuiverheid en rek is dat bij platina niet het geval; in het temperatuurgebied, waar bij Rh het 2e en 3e fijnstructuurstapje gevonden worden, vinden wij bij Pt een continu herstel.

Het herstel van Pt en Rh na rek wijkt sterk af van de andere tot nu toe onderzochte f.c.c. metalen. De belangrijkste verschillen zijn:

- 1) Bij Rh en Pt treedt in stap IV veel meer herstel op dan bij de andere onderzochte f.c.c. metalen.
- 2) In stap II treedt weinig herstel op.
- 3) Bij Rh en Pt treedt een duidelijk herstelstapje op bij een waarde van 4 respectievelijk 5% van de smelttemperatuur.

metaal	stap II	fijnstructuur in stap II						stap III		stap IV		stap V	
	herstel totale stap II	$\frac{T_c}{T_{sm}}$ *) herst.		$\frac{E_c}{E_{sm}}$ herst.		$\frac{E_c}{E_{sm}}$ herst.		$\frac{E_c}{E_{sm}}$ herst.		$\frac{E_c}{E_{sm}}$ herst.		$\frac{E_c}{E_{sm}}$ herst.	
Rh	4%	0,04	14%	0,07	1,4%	0,09	0,9%	0,13	10%	0,26	65%	groter dan 0,34	$\pm 21\%$
Pt	14%	0,05	6,1%	0,08	5,5%	0,10	2,4%	0,15	22%	0,27	$\pm 43\%$	0,37	$\pm 21\%$
Cu	20%	(gebied $\frac{T_c}{T_{sm}}$: 0,09 - 0,14)						0,2	20%	0,3	10%	groter dan 0,34	50%

Tabel 5

Vergelijking van het herstel na rek in vloeibare N_2 van Pt met dat van Rh en Cu.

*) T_c is de temperatuur, waarbij de herstelsnelheid maximaal is (in $^{\circ}K$).

T_{sm} is de smeltemperatuur ($^{\circ}K$).

**) De scheiding van deze 2 stapjes is onzeker bij zuiverheid 99,99% en een rek van 2 à 3%. Na 5% rek bij zuiverheid 99,999% waren ze beslist niet gescheiden (één contenu herstel).

Bij zo'n lage temperatuur t.o.v. het smeltpunt is bij geen ander f.c.c. metaal een duidelijk stapje gevonden. Stap II begint daar gewoonlijk pas bij 9 à 10% van de smelttemperatuur. 4) Ook stap III begint bij tamelijk lage temperatuur.

Alle bovengenoemde verschilpunten heeft Rh in sterkere mate dan Pt.

B. Vergelijking van het herstel van gewalst Pt met enige andere metalen

In tabel 6 vergelijken we $\frac{T_c}{T_{sm}}$ van de herstelkromme uit fig.20-a, behorende bij $-\frac{41}{1} = 65\%$, met het herstel van enige metalen, door van den Beukel [9] gemeten na compressie van ongeveer 60%. In deze tabel is tevens opgenomen het herstel van gewalst Cu ($-\frac{41}{1} = 54\%$) volgens Verel [7].

We zien uit deze vergelijking dat het Pt veel beter in dit schema zou passen als we stap II en stap III bij Pt resp. II-a en II * (of eventueel II-c) zouden noemen. We hebben hiertegen echter het volgende bezwaar: Als we stap II na walsen in vloeibare N_2 stap II-a noemen, weten we geen raad met het herstel bij 5% van de smelttemperatuur na rek. Dit zouden we dan stap I moeten noemen. Maar uit bestralingsproeven (zie onder F van dit hoofdstuk) blijkt dat stap I rond 1% van de smelttemperatuur ligt. Verder is er niet direct een reden, om de grote stap III stap II * te noemen (die in zuivere metalen alleen maar als een kleine stap aangetroffen is [9]) of stap II_c. Als immers stap I en II bij erg lage temperatuur liggen, dan is het toch niet te verwonderen dat stap III ook bij lage temperatuur ligt.

stap	Cu		Ni	Ag	Au	Al	Pt
	compressie v.d.Beukel	gewalst Verel					
II-a	0,09		0,09	0,10	0,11		
II-b	0,11	0,10	0,10				
II-c	0,13	0,12	0,12				0,02
II *	0,16	0,16	0,15				
III	0,18	0,18		0,18	0,20	0,23	0,15

Tabel 6

Vergelijking van $\frac{T_c}{T_{sm}}$ bij het herstel van gewalst Pt met andere metalen.

C. Vergelijking van het herstel na rek *) en na walsen bij Pt

Evenals bij de meeste andere tot nu toe onderzochte f.c.c. metalen gaan ook bij platina stap II en III contenu in elkaar over. De scheiding tussen die twee stappen is dan vaak moeilijk te bepalen. Vrijwel zeker is, dat stap III na walsen beneden -30°C begint. Van -30°C tot in het einde van stap III is immers een constante Q_m gemeten. Stap II na walsen in vloeibare N_2 bestaat dan slechts uit één duidelijk stapje (4% van het totale herstel). Na rek hebben wij geen Q_m gemeten; daar blijft de scheiding tussen stap II en III onzeker.

Zie verder tabel 7.

*) Met "het herstel na rek" bedoelen we steeds het herstel na voldoende hoge rek (5%) en niet na zeer lage rek zoals in fig.17. Analoog bedoelen we met "na walsen", gewalst draad met $\frac{41}{1}$ 60%.

	gerekt		gewalst	
	T-gebied	herstel	T-gebied	herstel
stap II	1) $\pm -175^{\circ}\text{C}$ 2) -120°C tot -10°C	14%	1) --- 2) $\pm -85^{\circ}\text{C}$	4%
stap III	-10°C tot 30°C		-55°C tot 75°C	26%
T_c van stap III	30°C		30°C	
stap IV+ V	180°C tot 600°C	64%	180°C tot 430°C	70%

Tabel 7

Vergelijking van gerekt en gewalst Pt

D. Vergelijking van onze herstelmetingen na rek met die van Piercy en Manintveld

Onze meetresultaten na rek aan zuiver platina *) draad stemmen alleen in het gebied van stap II niet met die van Manintveld [1] en Piercy [2] overeen.

Fig.31 vergelijkt de door ons gemeten stap II met die volgens Manintveld **). Bij de isochroon van Manintveld werd voor elk meetpunt een andere meetdraad gebruikt. (Daardoor is de spreiding in de meetpunten groter). Dat Manintveld het eerste gedeelte van stap II niet vond is te verklaren uit het verschil in deformatietemperatuur.

*) 99,99% en 99,999%.

**) De metingen aan Pt zijn niet door Manintveld zelf, maar door Korevaar verricht.

Piercy meet geen herstel voor -50°C . Wij meten voor -50°C een totaal herstel van ongeveer de helft van stap III. Dit verschil kunnen wij niet verklaren.

In tabel 8 wordt tenslotte een en ander vergeleken.

	dit *) onderzoek	Piercy	Manintveld
Opgegeven zuiverheid Pt	99,99%	99,99%	---
rek	5%	8%	7%
deformatie temp.	-195°C	-195°C	-183°C
reproduceerbaarheid	$\frac{1}{15.000}$	$\frac{1}{30.000}$	---
weerstandsmeting	15.000	30.000	
totaal herstel vóór -50°C	12%	geen	8,5%

Tabel 8

Vergelijking van onze meetresultaten met die van Piercy en Manintveld.

Enige meetresultaten van Piercy worden gegeven in fig.32. Evenals Piercy vinden ook wij geen scheiding tussen stap IV en V. Piercy bepaalde het temperatuurgebied van stap V door tevens het herstel van de hardheid te meten. Uit zijn metingen blijkt, dat stap V begint als de grote herstelstap (IV + V samen) ongeveer voor $\frac{2}{3}$ hersteld is. Na walsen vonden wij een knik als 71% van deze grote stap hersteld was.

*) Gegevens ontleend aan de onderste kromme van fig.16.

We mogen dus wel zeggen, dat het herstel in stap IV en V na rek en na walsen zich ongeveer verhoudt als 2 staat tot 1.

E. Overzicht voor Pt gevonden sprongenergieën.

methode voor het introduceren van de fouten	onderzochte herstelgebied °C	sprong-energie eV	Auteur
gerekt bij -183°C	-150 tot -70	0,22	Manietveld 1954 [1]
	-10 tot 70	0,99	"
gerekt bij -196°C	0 tot 100	0,73	Piercy 1960 [2]
	200 tot 400	1,43	"
gewalst bij -196°C	-30 tot 40	0,66	dit onderzoek
	30 tot 90	0,78	"
gerekt bij 20°C	70 tot 90	1,20	Dugdale 1952 [13]
afgeschrikt vanaf boven 1600°C	---	1,1	Lazarev en Ovcharenko 1955 [14]
	300 tot 500	1,10	Bradshaw en Pearson 1956 [15]
	300 tot 500	1,13	Piercy 1960 [2]
afgeschrikt vanaf 1450°C tot 1550°C	300 tot 400	1,31	Gertsriken c.s. 1960 [13]
afgeschrikt vanaf 1100°C tot 1400°C	450 tot 580	1,42	Ascoli c.a. 1958 [16]
	---	1,48	Bacchella c.a. 1959 [17]
neutronen bestraling bij 50°C	70 tot 90	1,19	Dugdale 1952 [13]
	100 tot 300	1,43	Piercy 1960 [2]

tabel 9

Overzicht van de gemeten sprongenergieën.

Tabel 9 geeft een overzicht van de gemeten sprongenergieën. Gertsriken vond het in de tabel gegeven resultaat door meting van de thermokracht. De overige resultaten werden verkregen door meting van de elektrische weerstand. Hiervan is de meting van Manintveld erg onnauwkeurig geschied. De overigen lijken ons betrouwbaar.

De resultaten na afschrikken stemmen overeen *). Na laag afschrikken wordt 1,1 eV gevonden en na hoog afschrikken ongeveer 1,4 eV. Het is dan te verwachten dat dit de sprongenergieën van resp. dubbelvacatures en enkelvacatures zijn.

Meestal wordt voor stap IV na plastische deformatie een sprongenergie gevonden, die ongeveer gelijk is aan die van enkelvacatures. Deze stap wordt dan ook meestal toegeschreven aan het verdwijnen van vacatures **). Piercy vindt bij Pt voor stap IV na rek ook een sprongenergie die gelijk is aan die van enkelvacatures, n.l. 1,4 eV.

Voor stap III na walsen vinden wij twee sprongenergieën: 0,66 eV (bijna de gehele stap) en 0,73 eV (ergens in het einde de stap). Uit onze meting volgt niet dat het einde van stap III een constant Q_m heeft, daar onze bepaling van Q_m beperkt bleef tot een betrekkelijk smal gebied. De waarde die Piercy voor deze stap vindt is bijna het gemiddelde van de door ons gevonden twee waarden. Dugdale vindt 1,2 eV. Hij deformeerde echter bij kamertemperatuur, waarbij stap III reeds in volle gang is.

*) Alleen wat betreft Q_m ; de gevonden waarden voor de vormingsenergie lopen uiteen.

**) De Brinkman-Seeger interpretatie van stap IV.

Het is niet zeker of men dan nog wel met hetzelfde herstelproces te maken heeft als na deformatie bij stikstoftemperatuur. Verder zij opgemerkt dat Dugdale voor deze Q_m bepaling, welke hij maar éénmaal verricht heeft, de in hoofdstuk II, d-2 genoemde methode gebruikt heeft. De draad werd gedurende 640 uur hersteld op 70°C en daarna 336 uur op 90°C . Uit de hellingsverandering van de isothermen bij de overgang van 70°C op 90°C wordt dan Q_m berekend. Bezien wij fig. 14, dan komen we tot de conclusie, dat deze bepaling dan toch wel bij het allerlaatste stukje van stap III moet behoren, zo hij niet behoort bij een eventueel continu herstel tussen stap III en IV in. Bij de overgang van 70°C op 90°C (de draad is dan al 640 uur op 70°C hersteld) zal n.l. wel haast niets meer van stap III over zijn.

De door ons gevonden waarde voor Q_m in het einde van stap III doet vermoeden dat daar bij Pt niet of niet alleen hetzelfde herstelproces plaatsvindt als in de rest van stap III. Metingen van Dawson *) (oen dit ook vermoeden bij Cu en Au. Dawson heeft herstelmetingen verricht aan praktisch zuiver Au met enkele procenten Cu en aan Cu met enkele procenten Au **). Hieruit bleek dat alleen het herstel in

het einde van stap III de ordening deed toenemen.

Daaruit volgt dat alleen in het einde van stap III vacatures of complexen van vacatures vrij kunnen bewegen *** (wellicht dubbelvacatures).

*) persoonlijke mededeling.

**) Het is echt niet zeker of men deze resultaten kan toekennen aan deze "legeringen" nog wel nog vergelijkten met die gemeten aan zuiver Cu en zuiver Au. Stap III is n.l. zeer beïnvloedbaar door onzuiverheden. Dit blijkt o.a. uit vergelijking van fig. 1 en 5 en uit metingen van van den Broek [9].

***) Het is echter nog niet bewezen, dat die ook in zuiver Cu resp. Au aanwezig zijn.

Dit zou bij Pt ook het geval kunnen zijn, waarmee dan onze hogere waarde voor Q_m in het einde van stap III verklaard kan worden. Dat de door ons gevonden waarde van 0,78 eV lager is dan de sprongenergie van dubbelvacatures (1,1 eV) is daar niet mee in strijd. Het is immers mogelijk dat de fouten die met een sprongenergie van 0,66 eV bewegen ook nog aanwezig zijn. Er vinden dan twee herstelprocessen tegelijk plaats en de waarde van 0,78 eV die wij vonden heeft dan niet de fysische betekenis van een activeringsenergie meer.

In dit verband zij opgemerkt dat de sprongenergieën in stap III voor Cu, Ag en Au alle overeenstemmen met de uit afschrikproeven gevonden sprongenergieën voor dubbelvacatures. Onze metingen aan Pt en die van Dawson geven een sterke aanwijzing dat stap III niet geheel, en zelfs niet grotendeels, door diffusie van dubbelvacatures wordt veroorzaakt. Een andere mogelijkheid (en Dawsons proeven wijzen daarop) is, dat wat wij stap III genoemd hebben nog een deel van stap II bevat.

Een verdere mogelijke verklaring voor de door ons gevonden hogere waarde voor de sprongenergie is het volgende: In fig. 20-a zien we dat tussen stap III en IV de isochroon niet helemaal horizontaal loopt. Het kan zijn dat de stappen III en IV elkaar net raken, maar het is ook mogelijk dat tussen deze stappen een continu herstel *) plaats vindt, dat doorloopt tot in stap III.

*) Met "continu herstel" bedoelen wij herstelprocessen met voortdurend een andere Q_m , zodat de isochroon niet in "stappen" daalt, maar meer geleidelijk.

Midden in stap III zal dit continue herstel relatief te gering zijn om de Q_m die men meet merkbaar te beïnvloeden. In het einde van stap III zou het misschien de meting van Q_m wel kunnen beïnvloeden. Dit lijkt ons een mogelijkheid, waarmede rekening dient te worden gehouden.

F. Stap I na neutronenbestraling

Coltman c.s. [19] heeft enige metalen, o.a. platina, met neutronen bestraald bij vloeibare helium temperatuur en vervolgens isochroon hersteld tot 70°K . Fig.33 toont het resultaat voor Pt. In tabel 10 vergelijken we het temperatuurgebied van stap I van de door genoemde auteur onderzochte f.c.c. metalen met de smelttemperaturen.

metaal	temperatuurgebied waarin veel herstel optreedt. $^\circ\text{K}$	$\frac{T_c}{T_{sm}}$	T_{smelt} $^\circ\text{C}$
Pt	8-25	0,011	1760
Cu	25-55	0,029	1084
Ag	10-40	0,023	961
Al	25-50	0,038	657

Tabel 10

Temperatuurgebied van stap I bij enige metalen.

We zien, dat $\frac{T_c}{T_{sm}}$ afneemt in de richting dat T_{sm} toeneemt (althans voor deze vier metalen). Voor stap I geldt beslist niet, dat het temperatuurgebied (in $^\circ\text{K}$) van de stap uitgedrukt in procenten van de smelttemperatuur ($^\circ\text{K}$) ongeveer gelijk is bij de meeste f.c.c. metalen.

We zagen dat stap I bij platina bij erg lage temperatuur ligt. Ook het begin van stap II ligt bij uitzonderlijk lage temperatuur. Dit geldt eveneens voor stap III, zij het in mindere mate.

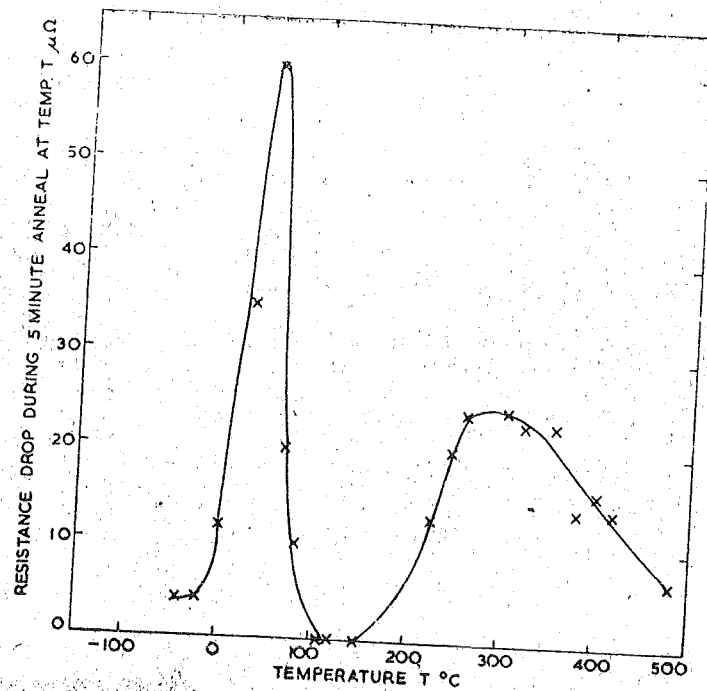
G. Elektronenmicroscopisch onderzoek aan platina folies

Door Ruedl c.s. [20] werden platina folies onderzocht met de elektronenmicroscop. In folies, afgeschrikt vanaf een temperatuur vlak onder het smeltpunt en daarna hersteld, werden ronde gaatjes gezien. De grotere gaatjes waren veelhoekig. Deze gaatjes groeien een beetje tijdens herstel rond 500°C en verdwijnen tijdens herstel rond 800°C .

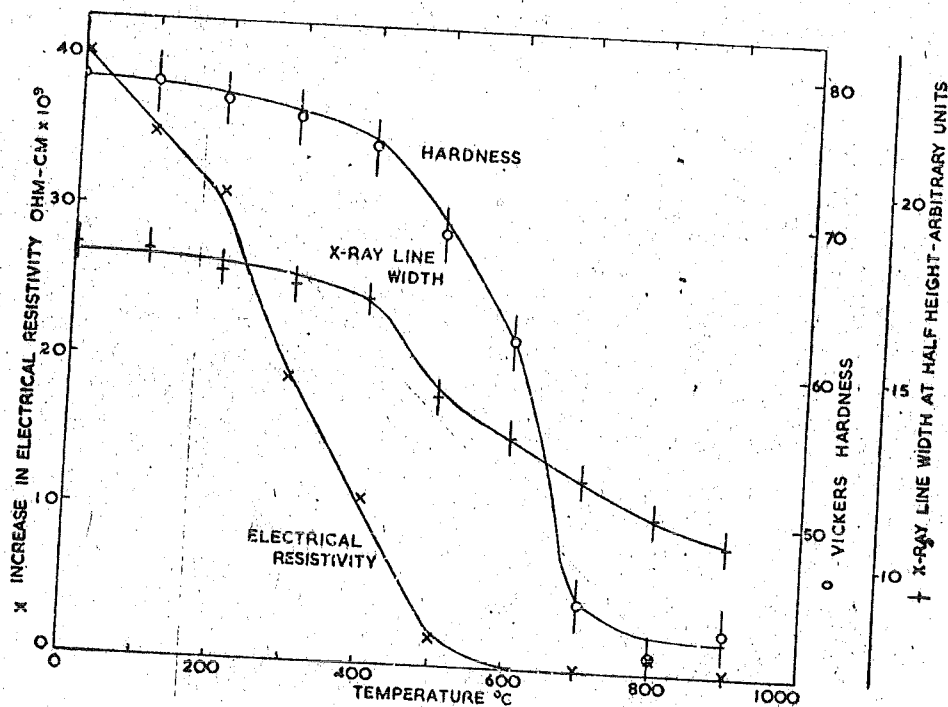
Behalve deze holtes werden ook ringetjes (loops) gezien.

In geplette folies blijken na herstel ook holtes (echter niet rond) en ringetjes aanwezig te zijn. Tijdens gloeien op 900°C verdwijnen deze holtes en ringetjes.

Bij gewalst platina is stap V na enige tijd gloeien op 450°C geheel hersteld. Daarna werd door ons geen weerstandsafname meer waargenomen door gloeien op hogere temperaturen (tot $\pm 1000^{\circ}\text{C}$). Indien in het gewalste Pt boven 500°C ringetjes en gaatjes verdwijnen, heeft dit dus geen meetbaar effect op de weerstand.



Isochronal recovery of platinum after deformation in liquid nitrogen. The drop in sample resistance for successive anneals of 5 min at temperature T is plotted against annealing temperature.



Recovery of electrical resistivity, hardness and x-ray line width of platinum samples deformed 8% in liquid nitrogen. Successive anneals for 30 min every 100°C were used.

Fig. 32

meetresultaten van Piercy

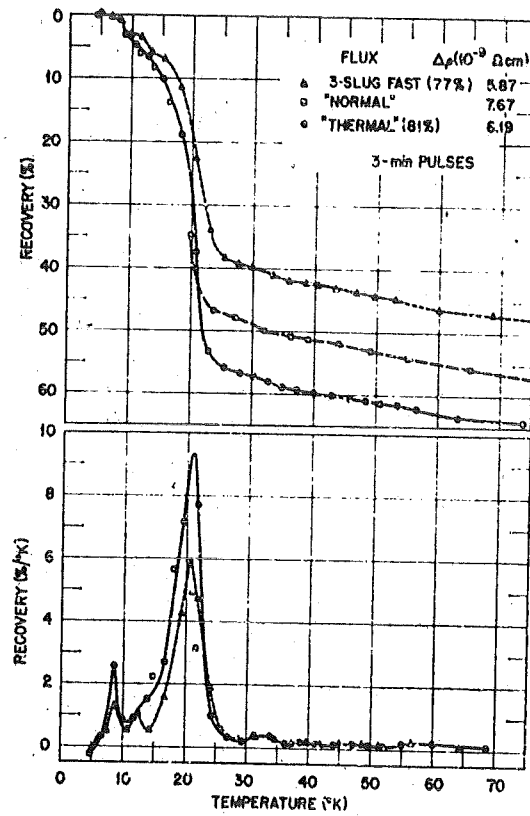


fig. 33
Fig.33 Isochronal annealing of irradiated platinum.

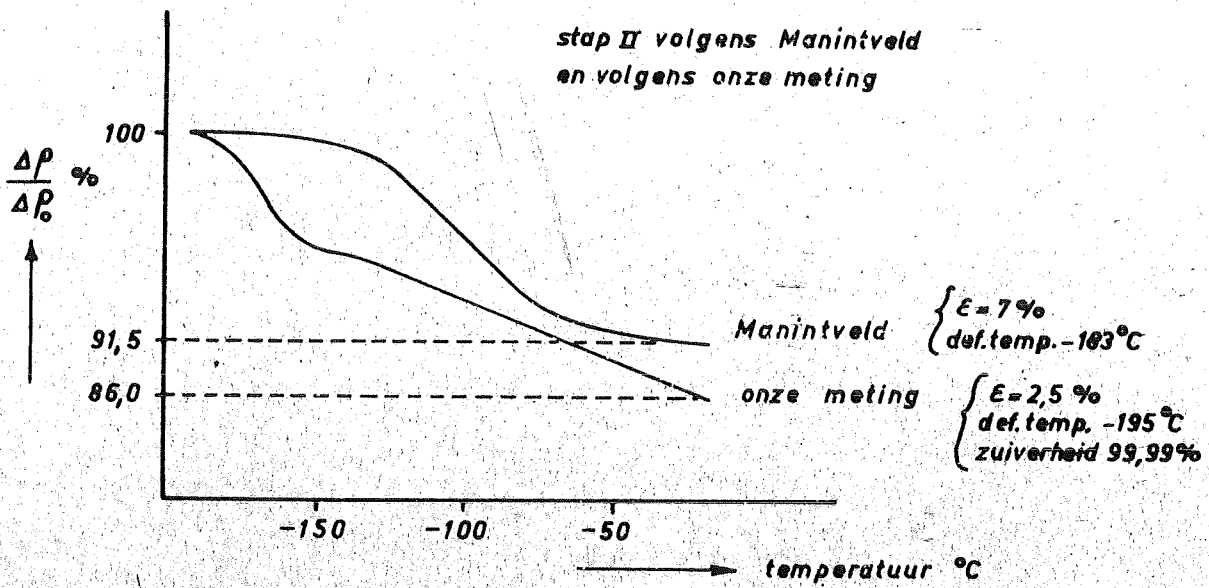


Fig. 31

Interessen i. v. m. der Problemstellung.
Mentz bls. 15.
bls 30

Literatuurlijst

1. J.A. Manintveld - Dissertatie T.H.Delft, 1954.
2. G.R. Piercy - Phil.Mag., 1960, p.201.
3. C.J. Meechan en J.A. Brinkman - Phys.Rev.103, 1956, p.1193.
4. H.I.Sawson - Candidaatsverslag, 1961.
5. O.W. Berghout - Dissertatie T.H.Delft, 1956.
6. J.P.Nicholas - Austr.Journ.Phys.9, 1956, p.425.
7. D.J. Verel - Physica 29, 1963, p.562.
8. B.M.Korevaar - Dissertatie T.H.Delft, 1960.
9. A. van den Beukel - Dissertatie T.H.Delft, 1962.
10. B.M. Korevaar - Verslag practicum materialen.
11. L.C.Menting - Candidaatsverslag, 1962.
12. H.I.Dawson - wordt gepubliceerd.
13. R.A. Dugdale - Phil.Mag.43, 1952, p.912.
14. B.G. Lazarev en O.N. Ovcharenko - Dokl.Akad.Nauk.S.S.S.R.100, p.875.
of: AERE Lib/Trans.602.
15. F.J.Bradshaw en S.Pearson. - Phil.Mag 1, 1957, p.312,
idem 2, p.379.
16. A. Ascoli c.s. - J.Phys.and Chem.of Solids 6, 1958, p.59.
17. G.L.Bacchella c.s. - J.appl.Phys.30, 1959, p.748.
18. J.G.M. van Kuijk - Candidaatsverslag, 1962.
19. Coltman c.s. - Journal of Appl.Phys. dec.1962,
p.3520.
20. E.Ruedl c.s. - J.Nucl.Mat.6, 1962, p.46.
21. M.de Jong en J.S.Koehler - Phys.Rev. 129, 1963, p.42.
22. H.I. Dawson - Afstudeerverslag
23. S.D. Gertsriken;c.s. - Fiz. Metallov i Metallovedenie.
Vol.9; p.224; 1960.