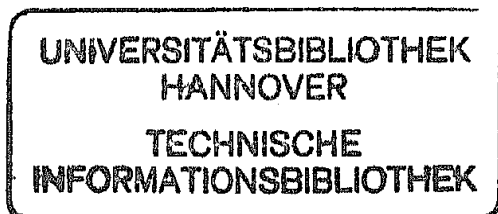


Berichte eines Symposiums
der Deutschen Gesellschaft für Metallkunde
in Bad Nauheim 1980

Gefüge der Metalle

Entstehung · Beeinflussung · Eigenschaften



DEUTSCHE GESELLSCHAFT FÜR METALLKUNDE E. V.

Charakterisierung der Korngröße von Metallen

H. Fischmeister, E. Arzt, Institut für Metallkunde und Werkstoffprüfung,
Montanuniversität Leoben

Korngestalt

Die normalen Korngefüge der Metalle verdanken ihr charakteristisches Aussehen dem Gleichgewicht der Korngrenzflächenspannungen. Da die Energie von Großwinkelkorn-grenzen sich mit dem Orientierungsunterschied der Körner nicht stark ändert (1), (2), stellen sich, dem Gleichgewicht dreier gleichstarker Spannungen entsprechend, zwischen aneinanderstoßenden Korngrenzen bzw. Kornkanten etwa gleich große Winkel ein (3)-(5), (Bild 1).

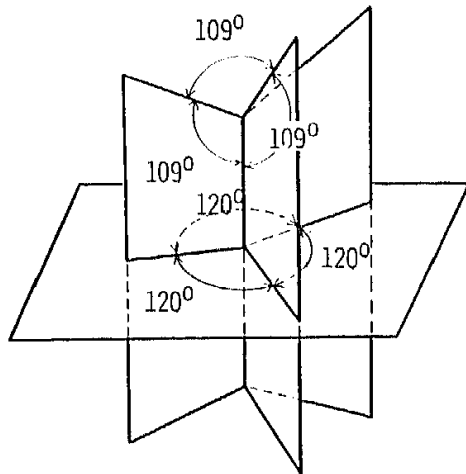


Bild 1: Schematische Darstellung der Gleichgewichtskonfigurationen von Korngrenzflächen an den Kanten (Tripellinien) und Knoten (Quadrupelpunkten) eines Korngrenzenetzes

Die Raumgestalt von Körnern läßt sich auf mehrere Weisen ermitteln: durch Kornzerlegung, z.B. Messing mit Quecksilber (5),(6), durch Stereo-Röntgenabbildung nach Ausscheidung einer kontrasterzeugenden Korngrenzenphase, z.B. im System Al - Sn (7), und durch Rekonstruktion aus einer Vielzahl paralleler Anschnitte mit bekanntem Abstand (Schnittreihenmethode) (8),(9). Die ausführlichste Schnittreihenuntersuchung wurde von Rhines und Craig (10) an Aluminium durchgeführt.

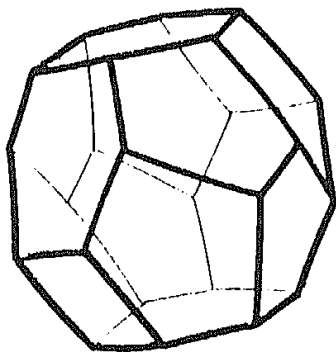


Bild 2: Der vierzahn-flächner nach Williams (β-Tetraikaidekaeder) (12)

Bild 2 zeigt den Körper, der am besten dem mittleren Gestalttyp der Körner entspricht. Es ist ein vierzahnflächner mit folgenden Eigenschaften:

	Ecken	Kanten	Flächen
im einzelnen Korn	24	36	14
je Korn im Kornverband	6	12	7

Im Kornverband gehört jede Fläche zwei Körnern an, jede Kante drei, und jeder Eckpunkt vier. Auch dies ist eine Folge der Gestaltung des Gefüges durch die Tendenz zur Minimierung der Oberflächenenergie (das

Streben nach möglichst kleiner Korngrenzfläche), das die in Bild 1 dargestellte Konfiguration zum stabilen Element der Kornstruktur macht. Die Vereinigung von mehr als drei Flächen längs einer Linie oder von mehr als vier Körnern in einem Eckpunkt ist zwar geometrisch möglich, energetisch aber so instabil, daß sie nur als kurzlebiges Übergangsstadium im Lauf des Kornwachstums auftritt (10).

In der Systematik der Polyeder bieten sich zwei Vierzehnflächner als Kornmodell an: das Kelvin-Tetraikaidekaeder (11) hat sechs vier- und acht sechseckige Flächen, das nach Williams (12) hat zwei viereckige, acht fünf- und vier sechseckige Flächen. Der typischen Korngestalt in Metallen entspricht am besten das letztere. Es genügt der Forderung der Raumerfüllung und, bei geringfügiger Krümmung der Kanten und Flächen, auch der des Gleichgewichtes der Grenzflächenspannungen an den Tripellinien (Flächenwinkel 120°) und Eckpunkten (Raumwinkel zwischen Tripellinien 109°), vgl. Bild 1. Bild 3 zeigt die deutliche Häufung fünfeckiger Korn- oder Zellgrenzflächen, die sowohl für Metalle wie für Seifenschäume und biologische Zellen beobachtet worden ist (5), im Vergleich mit der Häufigkeit verschiedener Flächentypen bei den Tetraikaidekaedern.

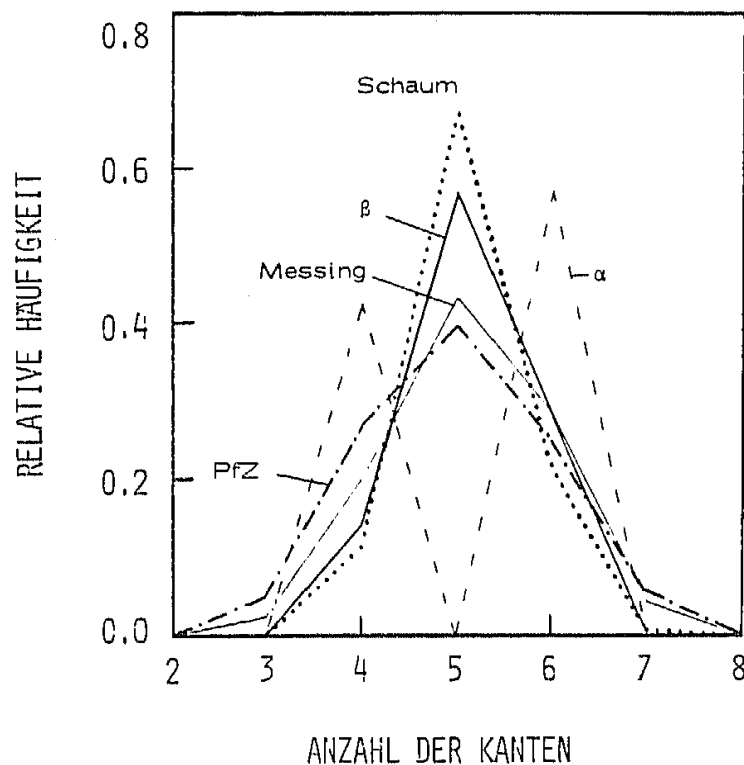


Bild 3: Häufigkeit von Korn- und Zellgrenzflächen verschiedener Ecken (bzw. Kanten)-Zahl
 (..... Schaum, ———— Messing,
 ----- α -Tetraikaidekaeder, — · — · — β -
 Tetraikaidekaeder, - · - · - · - Pflanzenzellen) nach Smith (5)

Polyeder mit einer durchschnittlichen Flächenzahl von vierzehn treten als mittlere Korngestalt in vielen Gefügen auf (3), neben den schon erwähnten Zellen- und Schaumstrukturen u.a. auch beim völligen Verdichten einer Zufallsschüttung gleichgroßer Kugeln (13),(14). Sie stellen auch die mittlere Koordinationsfigur metal-

lischer Gläser und einatomiger Flüssigkeiten dar (13). In einem beliebigen Rechenmodell für Korngefüge nach Meijering (15), das durch gleichmäßiges Wachstum von zufallsverteilten Keimpunkten aus zustandekommt, ergibt sich eine mittlere Flächenzahl der Körner von 15, 54; verteilt man das Auftreten von Keimen noch zeitlich ("Johnson-Mehl-Modell" (16)), erniedrigt sich dieser Wert auf 13, 28.

Freilich ist der Vierzehnflächner als Korngestalt eine idealisierte Vorstellung. Im Realgefüge treten Körner sehr verschiedener Flächenzahl auf (in der Schnittreihenuntersuchung von Rhines und Craig an Aluminium wurde ein Variationsbereich von drei bis über fünfzig gefunden). Das Tetrakaidekaeder ist als Kornmodell nur insofern zutreffend, als sich (im stetigen Stadium des Kornwachstums) die mittlere Zahl der Eckpunkte, Kanten und Flächen pro Korn den Werten eines Verbandes von Tetrakaidekaedern nähert (10), was nicht bedeutet, daß der Vierzehnflächner die häufigst vorkommende Gestalt darstellt. Die weite Variation der tatsächlichen Kornflächenzahl ist eine zwangsläufige Folge der Größenverteilung der Körner. Vierzehnflächner lassen sich nur dann lückenlos zusammenfügen, wenn alle gleich groß sind. Im Realgefüge variiert das Kornvolumen stark, bei Rhines und Craig beinahe 1:1.000.

Rhines (10) hat darauf hingewiesen, daß die Flächen von Körnern mit mehr als 14 Flächen konkav gekrümmt sein müssen, um an den Kanten den Gleichgewichtswinkel von 120° aufrecht zu erhalten, während Körner mit weniger als 14 Flächen konvex gekrümmte Flächen haben werden. Da die Korngrenzen sich unter dem Einfluß des Krümmungsdruckes ($p = 2\gamma/r$, γ = Korngrenzenenergie, r = Krümmungsradius) immer auf ihr Krümmungszentrum hinbewegen, müssen Körner mit mehr als 14 Flächen sich ausdehnen, während solche mit weniger Flächen schrumpfen müssen, bis sie schließlich als Punkt verschwinden. Dabei nimmt die mittlere Korngröße zu, weil sich die Kornzahl vermindert:

$$\bar{V} = 1/N_V \quad (1)$$

(\bar{V} = mittleres Kornvolumen, N_V = Zahl der Körner im Einheitsvolumen).

Beim Verschwinden eines Kornes wird die Flächenzahl seiner Nachbarn in summa so verändert, daß die mittlere Flächenzahl je Korn während des stetigen Kornwachstums konstant bleibt (10). Mit den gewöhnlichen Methoden der Metallographie sehen wir nur einen ebenen Schnitt durch das Korngrenzennetz. Dem Gleichgewicht der Grenzflächenspannungen entsprechend, trifft man im Schnitt vorwiegend Knoten von drei Korngrenzen an, fast nie solche von vier oder mehr. Jeder Knoten ist der Durchstoßpunkt einer Tripellinie durch die Schliffebene. Ein Polyeder ergibt je nach seiner Lage zur Schnittfläche Schnittfiguren mit verschieden vielen Seiten. Die Seitenzahlverteilungen der beiden Vierzehnflächner und anderen Polyedern sind von Durand et al. (17) und Warren und Durand (18) und anderen berechnet worden (Bild 4).

Die Verteilungen sind der eines realen Korngefüges ziemlich ähnlich. Überraschenderweise sind die Eckenzahlen der Schnittflächen - im Gegensatz zu jenen der Flächen selbst, Bild 3 - wenig empfindlich gegen den Unterschied zwischen α - und β -Tetrakaidekaedern. Bodyako (19) und Hanson (20) haben Korngefüge nach Art des Meijering'schen Ansatzes im Computer simuliert und Zufallsschnitte davon konstruiert, die bei geeigneten Annahmen über die Keimbildung (z.B. gleichzeitig, örtlich zufallsverteilt) einigermaßen gut mit dem typischen Aussehen des Korngefüges in Schliffbildern übereinstimmen.

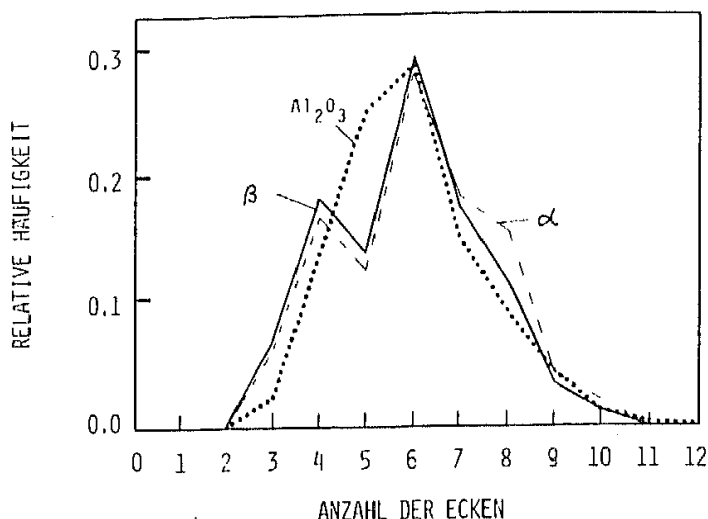


Bild 4: Häufigkeit von Schnittfiguren verschiedener Eckenzahl bei Zufallsschnitten von Vierzehnflächern (----- α, ————— β), verglichen mit Meßwerten von Lantuejoul (..... Al₂O₃)

"Mittlere Korngrößen"

Von der Meßpraxis her bieten sich zwei kennzeichnende Größen an:

- die mittlere Sehnenlänge \bar{L} (auch Korngröße nach Heyn (21) oder Intercept-Korngröße (22))
- die mittlere Kornschnittfläche \bar{A} (auch Korngröße nach Jeffries (23)).

Beide sind leicht durch einfache Zähloperationen zu bestimmen (Bild 5). Man zählt die Korngrenzen, die von einer Testlinie bekannter Länge geschnitten werden, bzw. die Zahl der Körner in einem Bildausschnitt bekannter Größe. Die Länge der Testlinie und die Fläche des Bildausschnittes müssen mit Hilfe der Mikroskopvergrößerung auf wahre Maße am Präparat umgerechnet werden.

Es ergeben sich also die folgenden Meßvorschriften:

- für die mittlere Sehnenlänge:

$$\bar{L} = \frac{1}{N_L} = \frac{1}{P_L} \quad (2)$$

$$N_L = \frac{N}{L_T} = \frac{N}{L_T} \cdot m \quad (3)$$

$$P_L = \frac{P}{L_T} = \frac{P}{L_T} \cdot m \quad (4)$$

N_L = Zahl der Körner je Einheitslänge der Meßstrecke

P_L = Zahl der Durchstoßpunkte zwischen Korngrenzen und Meßlinie in der Einheitslänge

N = Anzahl der von der Meßstrecke insgesamt getroffenen Körner

P = Anzahl der von der Meßstrecke insgesamt getroffenen Korngrenzen

L_T = wahre Länge der Testlinie (im Präparat)

L_T' = Meßstrecke im Bild

m = Vergrößerung des Bildes (Mikroskopvergrößerung \times photographische Nachvergrößerung)

- für die mittlere Kornschnittfläche: $\bar{A} = \frac{1}{N_A}$ (5)

$$N_A = \frac{N}{A_T} = \frac{N}{A_T'} \cdot m^2 \quad (6)$$

N_A = Zahl der Kornschnittflächen je Flächeneinheit

N = Zahl der in der Meßfläche enthaltenen Kornschnittflächen

A_T = wahre Meßfläche (im Präparat)

A_T' = Meßfläche im Bild bei Vergrößerung m .

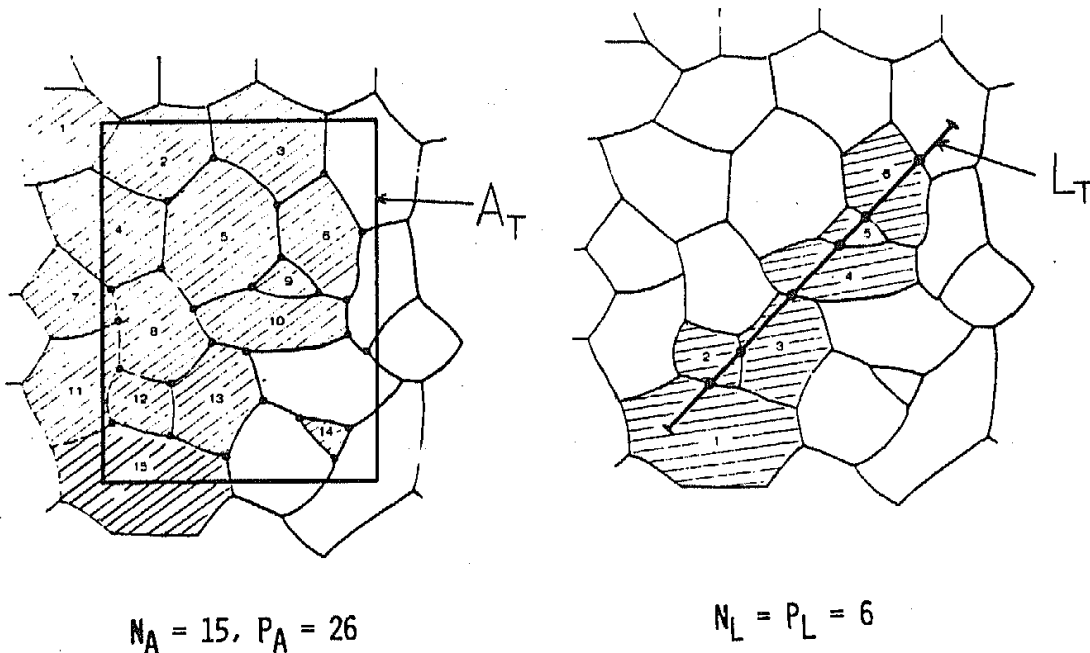


Bild 5: Messung der Flächen- und Sehnen (Intercept)-Korngröße. Zur Vermeidung von Randfehlern werden bei der Flächenmethode nur diejenigen Randkörner mitgezählt, die aus der linken oder oberen Begrenzung herausragen; von gegenüberliegenden Eckkörnern wird nur eines berücksichtigt. Bei der Sehnenmethode wird nur eines der beiden Endkörner mitgezählt

Zur Vermeidung von Randfehlern gilt die Vorschrift, daß von allen Körnern, die nicht im Ganzen in der Meßstrecke bzw. Meßfläche enthalten sind, jeweils nur auf der einen Seite mitgezählt werden. Beispielsweise nimmt man bei der Flächenzählung (N_A) jene Körner, die vom linken und vom oberen Rand geschnitten werden, mit und läßt die von den gegenüberliegenden Rändern geschnittenen weg; von den Körnern in Ecklage werden zwei benachbarte mitgezählt, die gegenüberliegenden weg-

gelassen. Bei kreisförmigen Meßflächen werden sinngemäß nur jene Randkörner gezählt, deren erster Schnittpunkt mit der (in festgelegtem Drehsinn umfahrenen) Kreislinie im Bereich von 0 bis 180° liegt. Verschiedentlich angebotene "statistische Korrekturverfahren", wie der Einbezug aller Randkörner mit einem Gewichtsfaktor 0,67 für Kreisfelder (24), sind zum Teil falsch, zum Teil nicht generell gültig und sollten daher nicht verwendet werden. Bei der Intercept-Messung wird das Korn, in dem die Meßstrecke beginnt, mitgezählt, jenes am entgegengesetzten Ende weggelassen. Zählt man statt der Körner (N_L) die Druchstoßpunkte (P_L), so entfällt das Randproblem. Hilliard (25) hat für die Interceptmessung eine kreisförmige Meßstrecke vorgeschlagen, die den Einfluß der Vorzugsorientierung in der Schlifffebene ausschließt. Auch hier entfällt das Problem der Zählung von Anfangs- und Endkörnern. Gl. 2 gilt ohne jede Korrektur auch für beliebig gekrümmte Meßstrecken (26).

In der Qualitätskontrolle der Schnellarbeitsstähle hat sich zur Kennzeichnung der Austenitkorngröße das Korngrößenmaß nach Snyder-Graff (27) eingebürgert. Dies ist die Zahl der Korngrenzen, die von einer Meßstrecke von 0,127 mm (0.005 Zoll) getroffen werden. Die Snyder-Graff-Kornzahl ist offensichtlich der Intercept-Korngröße verwandt:

$$(SG) = \frac{0.127}{\bar{L}} \quad (7)$$

wobei \bar{L} in mm einzusetzen ist.

Die Kornschnittfläche ist die Basis der ASTM-Kornzahl (Grain-Size-Number) (G), die wie folgt definiert ist (22):

$$2^{G-1} = n \quad (8)$$

(n = Kornzahl/Quadratzoll bei 100-facher Vergrößerung = $0.0645 N_A$ in mm^{-2}), oder

$$G = 3.322 \lg N_A - 2.954 \quad (9)$$

Wenn die interessierenden Körner einer Phase (α) angehören, die in einem Mehrphasengefüge den Volumenanteil V_V^α einnimmt, ist in den Meßvorschriften nach Gl. 2 und 5 nur der α -Anteil der Meßstrecke ($L_L^\alpha = V_V^\alpha$) bzw. der Meßfläche ($A_A^\alpha = V_V^\alpha$) zu berücksichtigen:

$$\bar{L}_\alpha = \frac{L_L^\alpha}{N_L^\alpha} \quad (10)$$

$$\bar{A}_\alpha = \frac{A_A^\alpha}{N_A^\alpha} \quad (11)$$

Die praktische Bestimmung von \bar{L} erfolgt am einfachsten mittels eines dem Bild überlagerten Rasters, dessen Linien insgesamt eine bekannte Länge haben, oder nach der Hilliard'schen Kreismethode. Zur Auswertung von Photos (z.B. von elektronenoptischen Gefügebildern) wird das Raster oder der Kreis auf durchsichtige Folie kopiert; zeitsparender ist es, gleich das Negativ auf ein Raster-versehenes Papier zu projizieren. Zur Überlagerung direkt im Mikroskop dienen Okulareinlagen ("Integrationsokulare") nach Art von Bild 6.

Ein Zählwerk oder Taschenrechner mit Speicherarithmetik, der mit jeweils einem Tastendruck seinen Speicherinhalt um 1 erhöhen kann, erleichtert die Registrierung der Korngrenzen. Zur Erzielung eines brauchbaren Mittelwertes \bar{L} muß das Testliniensystem wiederholt aufgelegt werden, mindestens bis zu 200, besser bis zu 1000 Korngrenzentreffern. Das Auflegen soll "blind" (nicht gezielt) erfolgen, und die Aufgestellen sollen möglichst über die ganze Probestrecke verteilt liegen. Hiergegen wird - besonders bei der Snyder-Graff-Methode - häufig gesündigt.

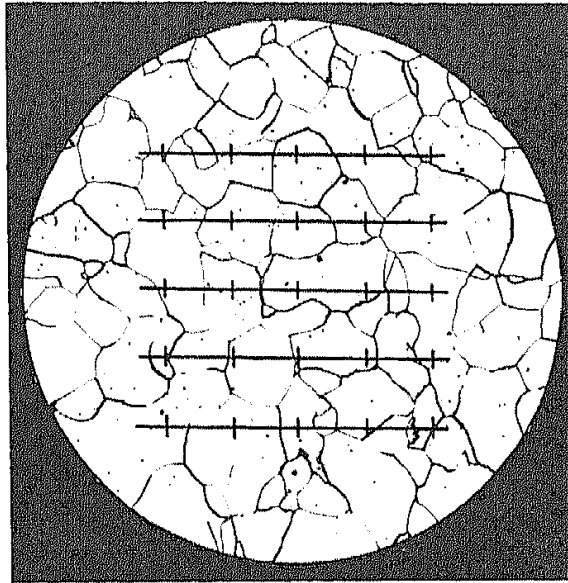


Bild 6: Integrationsokular zur Bestimmung der Korngröße nach der Intercept-Methode

Auch zur Ermittlung von \bar{A} ist ein Raster nützlich, das mit seinem Rand ein Meßfeld von bekannter (eichbarer) Größe definiert und dessen Unterteilung durch die übrigen Rasterlinien die systematische Erfassung aller Körner erleichtert.

Neuerdings stehen Digitalisierbretter zur Verfügung (28),(29), auf die ein Bild aufgelegt oder projiziert werden kann; beim Umfahren der Körner mit einem Meßgriffel werden die Koordinaten des Tastpunktes laufend an einen Mikroprozessor oder Computer übergeben, der dann Länge, Anzahl und Fläche auswirft. Eine Schreibspitze im Meßgriffel markiert die schon nachgefahrenen Korngrenzen.

Das schnellste Verfahren zur Erfassung von \bar{A} allein ist (gemäß Gl. 14, S.), nur die Knotenpunkte des Korngrenzennetzwerkes mit dem Meßgriffel anzutippen. Wird daneben noch L_A ($\rightarrow L, S_V$) gewünscht, so können mit dem Griffel ebenfalls sehr schnell die Schnittpunkte der Korngrenzen mit den Rasterlinien durch bloßes Antippen im Computer gespeichert werden. (Dabei wird gleichzeitig die Häufigkeitsverteilung der Sehnenlängen erfaßt!). Das Umfahren der Körner ist zeitraubend und wird überflüssig, wenn man nicht auf die Häufigkeitsverteilung der Schnittflächen Wert legt. Für das Umfahren von 1000 Körnern benötigt man etwa 1 Stunde, für die Registrierung der Intercepte durch Antippen etwa 6 Minuten bei sehr viel geringerer Anstrengung.

Für automatische Bildanalytoren stellen normal geätzte Korngefüge eine nur in den günstigsten Fällen (Proben mit extrem günstigem Ätzverhalten) bewältigbare Aufgabe dar. Meist scheitert die Messung am ungleichmäßigen Kontrast der Korngrenzen (Bild 7). Bei sehr starker Ätzung verbreitern sich die Korngrenzen oft zu Bändern, die kleine Schnittflächen völlig zum Verschwinden bringen können. Einige Bildanalytoren können die Bänder durch "Skelettisierung" (30),(31) wieder auf die Breite eines Bildpunktes abmagern; verlorene Schnittflächen bleiben aber verloren. Innerhalb gewisser (enger) Grenzen können Unterbrechungen der Korngrenzen auch durch die Operation "Fermeture" (32),(33) ausgefüllt werden. Richtige

Bestimmung von N_A und \bar{A} ist in den meisten Fällen unmöglich, weil fast immer einige benachbarte Körner mit schwach geätzten Korngrenzen gemeinsam gezählt werden (Bild 7). Die Kornzahl wird in solchen Fällen stark von der SchwellwertEinstellung des Bildanalysators abhängig.

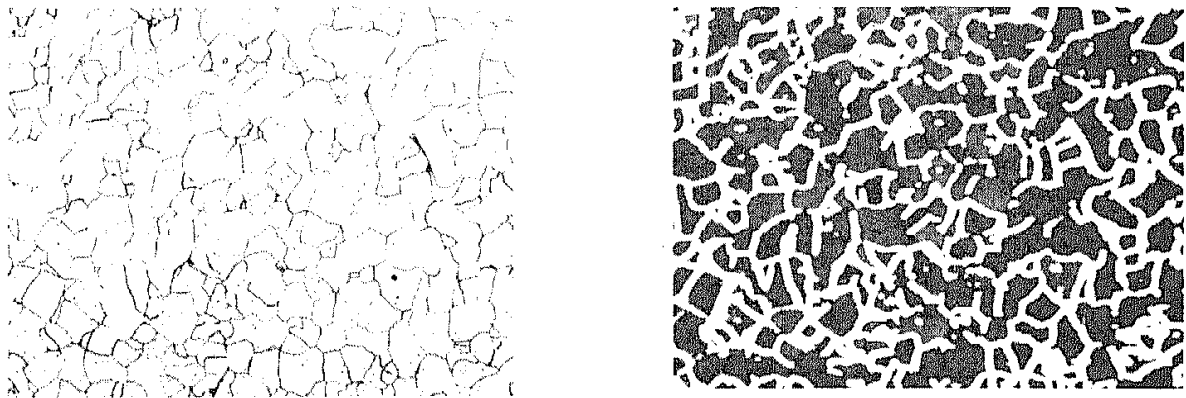


Bild 7: Links: Lichtmikroskopische Aufnahme eines geätzten ferritischen Gefüges
Rechts: Korngrenzenmarkierung derselben Stelle auf dem Bildschirm eines automatischen Bildanalysators (Omnicon)

Am ehesten kann der Bildanalysator die gesamte Länge L_A der Korngrenzen (und damit nach Gleichung 13 auf S_V auch \bar{L}) erfassen. Bei dieser Arbeitsweise fallen die Unterbrechungen der Korngrenzen am wenigsten ins Gewicht. Gute Messungen erfordern aber auch hier, und selbst bei Proben mit günstigem Ätzverhalten, so viel Zeit für SchwellwertEinstellung und Kontrolle, daß die Messung mit dem Digitalisierbrett (oder mit Bleistift, Lineal und Taschenrechner bei einem Gerätekostenverhältnis von 1:10⁴) schneller geht.

Wir fragen nun nach der räumlichen Bedeutung der beiden Korngrößenmaße \bar{L} und \bar{A} . Diese Beziehungen werden aus geometrischen Wahrscheinlichkeitsbetrachtungen ("Stereologie") (26) abgeleitet, wobei vorausgesetzt wird, daß das Gefüge weder periodisch noch vorzugsorientiert ist. (Auf orientierte Gefüge kommen wir zurück). Für die Herleitung muß auf die Literatur (26), (34), (36) verwiesen werden.

Die Interceptkorngröße steht nach Saltykov (34) und Smith und Guttman (35) in einfacher Beziehung zur Korngrenzenfläche im Einheitsvolumen S_V (spezifische Korngrenzenfläche oder "Flächendichte"):

$$S_V = 2 P_L = \frac{2}{\bar{L}} \quad (12)$$

Diese Größe kann sinnvoll in physikalische Modelle eingebaut werden und kann von direkter Bedeutung für die Eigenschaften sein (Anbot von Keimbildungsstellen für Phasenumwandlungen, Versetzungstau, Korngrenzgleiten, Bruch-Fläche bei interkristallinem Bruch u.a.m.).

Die spezifische Oberfläche steht aber auch in allgemeiner Beziehung zur Länge ihrer Spuren in der Flächeneinheit einer Schnittebene (L_A):

$$L_A = \pi S_V = \frac{\pi}{2} P_L = \frac{\pi}{2} N_L = \frac{\pi}{2\bar{L}} \quad (13)$$

Deshalb gibt die Interceptkorngröße auch ein Maß für die Länge der an einer Oberfläche zutagetretenden Korngrenzen (die beispielsweise als Angriffsstellen für

interkristalline Korrosion von Interesse sein können (26)).

Die mittlere Kornschnittfläche \bar{A} ist nicht, wie man intuitiv vermuten könnte, ein Maß für das Kornvolumen. Sie ist überhaupt nur indirekt mit den Eigenschaften des räumlichen Korngefüges verknüpfbar. Smith (3) zeigte, daß sich für den Fall eines Netzwerkes, in dem nur Dreierknoten zugelassen sind, aus der Eulerschen Formel folgende Beziehung zwischen N_A und der Anzahl P_A^{tr} der Knoten (= Durchstoßpunkte der Tripellinien) in der Flächeneinheit der Testfläche ergibt:

$$N_A = \frac{1}{2} P_A^{tr} + 1 \approx \frac{1}{2} P_A^{tr} \quad (14)$$

(Die Näherung ist außerordentlich gut, weil bei vernünftigen Abbildungsbedingungen $P_A \gg 1$).

Die Zahl der Durchstoßpunkte eines beliebigen Liniensystems (ohne Vorzugsorientierung) ist aber allgemein der Linienlänge im Einheitsvolumen proportional (34), (35):

$$P_A = \frac{1}{2} L_V \quad (15)$$

sodaß

$$\bar{A} = \frac{1}{N_A} = \frac{4}{L_V} \quad (16)$$

Die Flächenkorngröße mißt also die Länge der Tripellinien. Im Hinblick auf mechanische und physikalische Eigenschaften scheint diese Größe wenig interessant. Man erkennt, daß das vielfach intuitiv bevorzugte Korngrößenmaß \bar{A} in Wirklichkeit eine weniger anschauliche und verwertbare Eigenschaft des Korngefüges trifft als die auf den ersten Blick "abstrakt" erscheinende Interceptkorngröße.

Die beiden Korngrößen \bar{L} und \bar{A} sind miteinander gekoppelt, aber nicht allgemein, sondern nur über die Form und Größenverteilung der Körner. Freilich scheint es, daß bei "normalen" metallischen und keramischen Korngefügen die mittlere Korngröße und die Größenverteilung nur in ziemlich engen Grenzen variieren. Deshalb lassen sich näherungsweise Beziehungen zur Umwandlung von Intercept- in Flächenkorngrößen aufstellen, wie etwa die folgende, in Bild 8 gezeigte (25), (37), bei der eine Packung gleich großer Kelvin-Tetraidekaeder zugrundegelegt wurde:

$$\lg \bar{L} = 0.50 \lg \bar{A} - 1.06 \quad (17)$$

(\bar{L} in cm, \bar{A} in mm²)

Leider ist unter den Praktikern der Metallographie kaum bekannt, daß solche Näherungsbeziehungen bei ungewöhnlichen Gefügen (z.B. im Stadium der sekundären Rekristallisation oder wann immer in einem Gefüge Körner von auffällig verschiedener Größe oder ungewöhnlicher Form auftreten) ihre Gültigkeit verlieren. So zeigt eine einfache Modellrechnung, daß in einem System von gleich großen Würfeln die mittlere Sehnenlänge nach Gl. 17 um etwa 5 % überschätzt wird, bei Quadern bei einem Seitenverhältnis von 4:1:1 liegt der Fehler schon bei 13 %, nach 10-facher Streckung bei 18 %. Gleich große Kelvin-Tetraidekaeder erfüllen Gl. 17 erwartungsgemäß gut (0.3 % Abweichung), legt man aber eine der WH-Verteilung nachempfundene Größenverteilung zugrunde, beträgt der Fehler schon 7 %.

Die Formeln nach Fullman (38)

$$\bar{L} = \frac{2 \cdot D}{3}, \quad \bar{A} = \frac{\pi D^2}{6} \quad (18)$$

die sowohl die Intercept- wie die Flächenkorngröße auf den räumlichen Korndurch-

messer D zurückführen, gelten überhaupt nur für ein Gefügemodell, in dem die Körner ohne Rücksicht auf Raumerfüllung und Größenverteilung durch gleichgroße Kugeln ersetzt sind. Fullman hat das klar betont; trotzdem werden seine Formeln häufig ohne Rücksicht auf ihren für Korngefüge wirklichkeitsfremden Charakter benutzt.

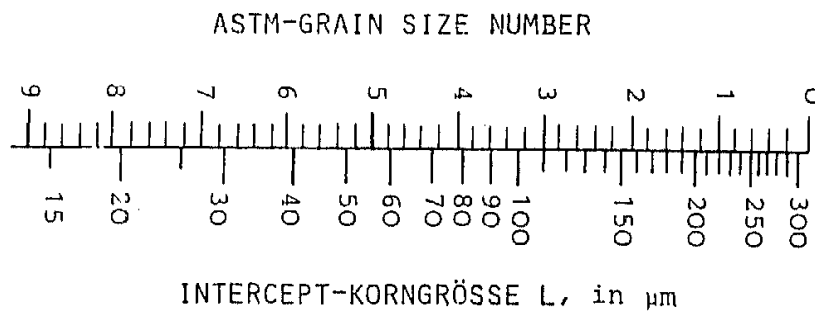


Bild 8: Nomogramm für die Umwandlung von ASTM- in Intercept-Korngrößen, nach Hillard (25)

Angesichts der unregelmäßigen Form und der weiten Größenverteilung metallischer Kristallkörner wäre für viele Zwecke - vor allem bei der Entwicklung physikalischer Modellvorstellungen - das mittlere Kornvolumen \bar{V} oder sein Kehrwert N_V das sinnvollste Korngrößenmaß. Im Abschnitt über Größenverteilungen wird klar werden, warum dieses sich grundsätzlich nicht aus Messungen an einem einzigen Schliff bestimmen läßt. \bar{V} bzw. N_V kann nur durch aufwendige Schnittrihen exakt ermittelt werden.

Dank der begrenzten Variationen von Korngestalt und Größenverteilung lassen sich aber auch hier näherungsweise Beziehungen formulieren, die für "normale" Korngefüge eine recht gute Schätzung von N_V und damit von \bar{V} erlauben. Hansson (20) hat ausgehend vom Meijering-Modell für recht verschiedene Korngefüge die folgende halbempirische Beziehung ermittelt:

$$N_V = \left[\frac{2.4150}{\sqrt{N_A}} - \frac{1.4552}{N_L} \right]^{-3} \quad (19)$$

die zur Zeit die beste Schätzformel für N_V aus Messungen aus einem ebenen Schliff darstellt. Für die von Hansson anhand von Computersimulationen studierten Gefüge, unter denen sich auch solche mit abnormalen Kornverteilungen befanden, lag der

maximale Fehler von N_V nach Gl. 19 bei 26 %, der mittlere Fehler war 3 %.

Orientierte Gefüge

Bisher ist immer stillschweigend vorausgesetzt worden, daß die Messungen auf nur einem Schliff repräsentative Werte für S_V und L_V (bzw. P_L und P_A) liefern. Dies gilt jedoch streng nur für isotrope Gefüge. Bei ungleichachsigen Körnern, wie sie etwa bei gerichteter Erstarrung oder nach Verformung auftreten, liegen die Korngrenzen bevorzugt entlang einer Achse oder parallel zu einer Ebene ausgerichtet (linienhafte bzw. flächenhafte Orientierung, Bild 9).

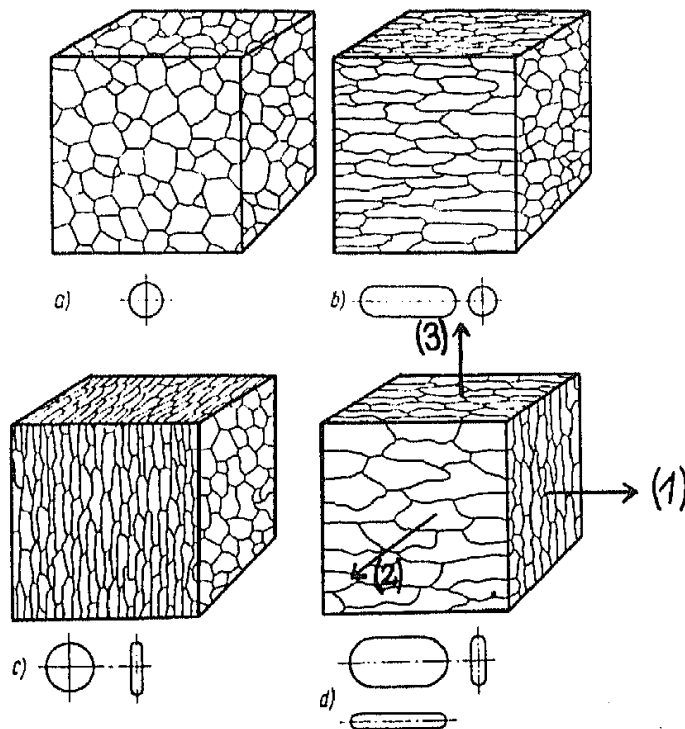


Bild 9: Schematische Darstellung: a) isotropes Gefüge, b) linienhafte Orientierung, c) flächenhafte Orientierung, d) linien-flächenhafte Orientierung, nach Saltykov (34)

Die beiden Orientierungstypen können sich auch überlagern. Das Gefügebild ist dann stark von der Lage der Schlickebene abhängig, und man wird nicht erwarten können, daß ein Schnitt repräsentativ ist. Die Testlinien (für die Ermittlung von S_V) müßten vielmehr in verschiedenen Richtungen des Raumes gelegt werden; es müßten sogar unendlich viele, zufällig orientierte Schlicke angefertigt werden, damit die Gleichungen 12 und 15 statistisch signifikante Ergebnisse liefern. Ist jedoch die Lage der Orientierungsrichtung bekannt, dann läßt sich durch entsprechende Wahl der Testlinien der isotrope Flächenanteil vom anisotropen trennen; die Summe beider ergibt die spezifische Oberfläche des orientierten Gefüges. Für den allgemeinen Fall eines Gefüges mit linien- und flächenhafter Vorzugsorientierung müssen zwei orthogonale Schlicke, einer parallel, der andere normal zur Orientierungsrichtung, angefertigt werden. Auf diesen Ebenen werden Testlinien

parallel und senkrecht zur Achse gelegt (Bild 9) und die Anzahl der Schnittpunkte $P_L(1)$, $P_L(2)$ und $P_L(3)$ bestimmt. Für die spezifische Oberfläche gilt dann (39):

$$S_V = (2 - \frac{\pi}{2}) P_L(1) + P_L(2) + (\frac{\pi}{2} - 1) P_L(3) \quad (20)$$

Bei rein linienhaft orientierten Gefügen reduziert sich diese Beziehung wegen $P_L(2) = P_L(3)$ auf:

$$S_V = (2 - \frac{\pi}{2}) P_L(1) + \frac{\pi}{2} P_L(3) \quad (21)$$

Für rein flächenhafte Orientierungen folgt:

$$S_V = P_L(1) + P_L(2) \quad (22)$$

In diesen beiden Fällen ist nur ein (longitudinaler) Schliff nötig. Schließlich geht Gl. 20 für isotrope Gefüge ($P_L(1) = P_L(2) = P_L(3)$) in Gl. 12 über.

Bei der Analyse von orientierten Gefügen müssen vorerst zwei wesentliche Probleme gelöst werden:

1. welcher Orientierungstyp liegt vor?
2. die Wahl der Schliffebenen.

Grundsätzlich ist im Walzgefüge von Flachprodukten flächenhaft-linienhafte Orientierung, bei runden Walzformaten oder nach Verformung unter reiner Zugspannung linienhafte Symmetrie zu erwarten. Für die Wahl der Schliffebene muß die Orientierungsachse bekannt sein. Deshalb muß unbedingt dafür gesorgt werden, daß bei der Probenentnahme oder Präparation die Information über Lage und Orientierung der Probe im Werkstück nicht verlorenght. Sonst muß man systematische Meßfehler in Kauf nehmen, die unter Umständen schon den Wert für die spezifische Oberfläche stark verfälschen, oder man muß die Vorzugsrichtungen aus mehreren Anschliffen verschiedener Lagen bestimmen. "Umrechnung" auf andere Korngrößenmaße bringt bei anisotropen Gefügen besonders große Ungenauigkeiten mit sich.

Es sei noch bemerkt, daß die Meßwerte $P_L(1)$, $P_L(2)$, $P_L(3)$ auch zur Kennzeichnung des Orientierungsgrades verwendet werden können. Geeignete Orientierungsmaßzahlen sind von Underwood (39) definiert worden.

Größenverteilungen

Als Meßgrößen bieten sich wieder die Sehnen (Intercept)-Längen L_j und die Schnittflächen A_j der einzelnen Körner an. Soll die Größenverteilung echte Aussagen über das räumliche Gefüge ergeben, so müssen diese auf Kornvolumina (oder äquivalente räumliche Durchmesser) umgerechnet werden. - Ist das Ziel der Messung bloß die Überwachung der Gleichmäßigkeit von Gefügen in der Qualitätskontrolle oder die Ermittlung empirischer Korrelationen mit Werkstoffeigenschaften, so verwendet man am besten die Sehnen- oder Schnittflächenverteilung direkt, da alle Umrechnungen von Annahmen über die Korngestalt (meist kugelig) ausgehen und bei Anwendung auf reale Körner zu Fehlern führen, die schwerwiegend sein können. Als Korrelationsgrößen gegenüber den Werkstoffeigenschaften bieten sich der Median (L_m , A_m) oder der Modul (häufigster Wert = Maximum der Verteilungskurve, L , A) und die Standardabweichung (σ_L , σ_A) an. Die Enden oder "Schwänze" der Verteilung bleiben dabei unberücksichtigt, weil sie ohnedies nur schlecht bestimmbar sind.

Häufig können nämlich die kleinsten Körner nur bei sehr hoher Vergrößerung aufge-

löst werden. Dabei fallen aber in den mit vertretbarem Aufwand erfaßbaren Gesichtsfeldern von den größten Körnern zu wenige an, um verläßliche Häufigkeitswerte zu erhalten. Die Form der Verteilung der Kornvolumina ist aber sehr empfindlich gegen Meßfehler in den obersten Klassen (40). Befriedigende statistische Sicherheit kann nur dadurch erreicht werden, daß man in einem zweiten Meßgang eine sehr viel größere Probenfläche bei niedriger Vergrößerung und nur im Hinblick auf große Körner absucht. Die Ergebnisse beider Meßgänge müssen dann zusammengefügt werden. Sind große wie kleine Körner örtlich zufallsverteilt, so genügt es, alle Häufigkeiten auf Flächen- bzw. Längeneinheit zu beziehen (für Sehnenmessungen: $N_L = N(L)/L_T$, für Flächenmessungen: $N_A(A) = N(A)/A_T$). Bei räumlicher Häufung bestimmter Korntypen (z.B. in teilrekristallisierten Gefügen, oder bei der Teilchengröße zeitig gehäufte Karbide) kann man unter Umständen annehmen, daß zumindest das Verhältnis zwischen großen und kleinen Körnern ortsunabhängig ist. Die Kornzahlen des zweiten Meßganges werden dann denen des ersten durch einen Multiplikator angepaßt, den man aus Messungen einiger überlappender Größenklassen in beiden Meßgängen ermittelt (40). Bei automatischen Bildanalysatoren sind getrennte Meßgänge dann besonders nötig, wenn sich die größten Teilchen bei der zur Auflösung der kleinsten Teilchen nötigen Vergrößerung der halben Gesichtsfeldgröße nähern.

Die Datenerfassung geschieht am einfachsten mittels Digitalisierbrett. Besonders bei der Sehnenmessung bietet dieses Verfahren die beste Kombination von Genauigkeit und Schnelligkeit. Kornflächen können mit praktisch ausreichender Genauigkeit mittels dem Gefügebild überlagerter Kreis- und Ellipsenschablonen von abgestufter Größe - etwa im Flächenverhältnis $1:2:2^2: \dots 2^n$ - erfaßt werden (40),(41). Verwendet man automatische Bildanalysatoren, fällt das Problem unvollkommenen Korngrenzenkontrastes bei der Verteilungsmessung noch stärker ins Gewicht als bei der Bestimmung von Mittelkorngößen. Die dadurch verursachten Fehler sind wieder bei der Sehnenmessung geringer als bei der Flächenmessung. Leider sind manche Bildanalysatoren nicht für die Ausgabe sämtlicher Sehnenlängen programmierbar. Die stattdessen empfohlenen Meßgrößen "längste Sehne" und "Feretdurchmesser" (= Projektion der Kornfläche auf eine gegebene Richtung, meist parallel einer Bildkante) sind im Hinblick auf räumliche Gefügeeigenschaften wenig sinnvoll und bei unvollkommenem Korngrenzenkontrast gleich fehleranfällig wie die Flächenmessung. Flächenverteilungen sollten nur mit Geräten gemessen werden, die zur Ergänzung unvollständiger Kornumrandungen besonders ausgerüstet sind (31),(42).

Zur Sicherung der statistischen Aussagekraft sollten möglichst etwa 2000 Körner (als Sehnen oder Schnittflächen) erfaßt werden.

Die Meßdaten werden meist in Klassen eingeteilt und als Histogramme dargestellt. Dies birgt verschiedene Gefahren. Bei zu schmal gewählten Klassen wird das Histogramm eines begrenzten Kornkollektivs so zerklüftet, daß der Eindruck mehrerer Häufigkeitsmaxima entstehen kann. Bei zu breiten Klassen können echte Sondermerkmale der Verteilung verloren gehen. (Eine praktische Verfahrensregel ist, für jeden Datensatz zwei Histogramme zu überlagern, deren Klassengrenzen um eine halbe Klassenbreite verschoben sind, und dann nur solche Maxima anzuerkennen, die in beiden Darstellungen auftreten, Bild 10a). Weiter führt der Ausgleich von Histogrammen zu glatten Kurven ein stark subjektives Element ein. Das objektivste Verfahren ist, die Verteilung von Anfang an kumulativ darzustellen, wobei die Meßwerte nicht in Klassen, sondern ihrer individuellen Größe nach geordnet eingetragen werden (Bild 10b). Geeignete Sortierprogramme gibt es in allen Minicomputern. Solche Summenkurven enthalten im Gegensatz zum Histogramm noch die ganze Primärinformation und sind genügend glatt, um ohne Willkür händisch ausgeglichen werden zu können. Wegen der ausgeprägten Rechtsschiefe der meisten Kornverteilungen empfiehlt sich in der Praxis für (die bei manchen Auswertegeräten unvermeidlichen) Klasseneinteilung eine geometrische Progression der Klassengrenzen:

$$i\text{-te Klasse: } c \cdot M^i < A_i \leq c \cdot M^{i+1} \quad (23)$$

wobei M den Modul und c die Basis der Progression bezeichnet (für Flächenmessungen gibt $M = \sqrt{2} = 1,41$ meist genügend feine Staffelung, für Sehnenmessungen ist $M = \sqrt[4]{2} = 1,19$ vorzuziehen).

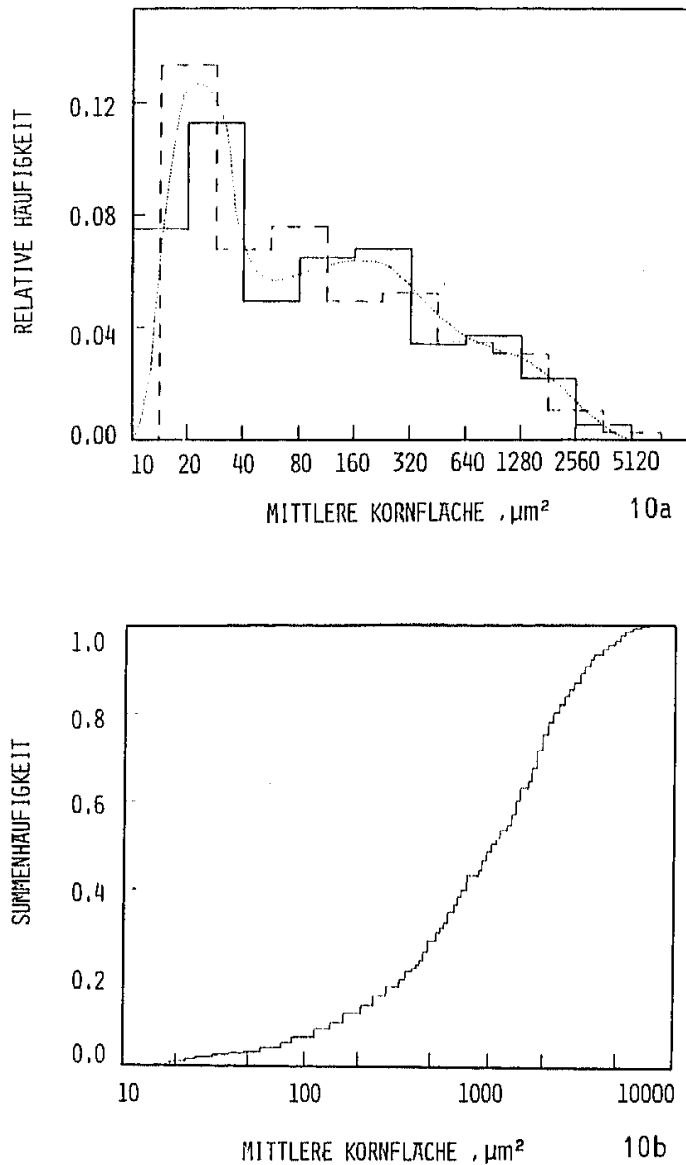


Bild 10: Distributive (auf Flächeneinheit bezogene) (a) und kumulative (b) Darstellung einer Korngrößenverteilung. In a) sind zwei Darstellungen desselben Kornkollektivs gezeigt, wobei die Klassengrenzen um eine halbe Klassenbreite verschoben sind

An einem Bildschirmcomputer lassen sich leicht verschiedene Darstellungen der Meßwerte durchspielen, bevor man sich für eine Untersuchungsreihe auf eine durchgehende Darstellung festlegt; dies ist wertvoll für die Vermeidung von Informationsverlust oder -verzerrung. Leider sind nicht alle Bildanalysegeräte für freie Wahl der Darstellungsart und der Klassenstaffelung programmierbar; wenn die Originalmessungen nicht gespeichert werden können, muß zur Erprobung einer anderen Darstellung der ganze Meßvorgang wiederholt werden.

Mit Hilfe mechanistischer Modellvorstellungen läßt sich die im Stadium des normalen Kornwachstums zu erwartende Korngrößenverteilung berechnen. Hillert (43) gelangt für kugelförmige "Körner" zu einem Ergebnis, das identisch ist mit der Verteilung von Wagner (44) für grenzflächenreaktionsbestimmte Ostwald-Reifung von Teilchen in Zweiphasensystemen ("WH-Verteilung"):

$$f(R') = (2e)^3 \frac{3R'}{(2-R')^5} \exp \frac{6}{R'-2} \quad (24)$$

wobei $R' = \frac{8R}{9\bar{R}}$ (\bar{R} ist der mittlere Radius)

Hunderi, Ryum und Westengen (45) verwendeten ein Computer-Modell, in dem das Wachstum einzelner Körner nicht durch den mittleren Radius, sondern durch die Korngrößenverteilung der Nachbarkörner bestimmt wird. Die resultierende, analytisch nicht darstellbare Korngrößenverteilung ist ähnlich der von Hillert, zeigt aber ein etwas ausgeprägteres Maximum.

Häufig findet man, daß die Größenverteilung von Körnern in einphasigen und von Teilchen in zweiphasigen Gefügen annähernd durch die logarithmische Normalverteilung beschrieben werden kann:

$$f(D) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \ln \sigma_g} \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\ln D - \ln D_m}{\ln \sigma_g} \right)^2 \right] \quad (25)$$

Hierbei steht D_m für die Median-Korngröße, σ_g für die geometrische Standardabweichung. Für die logarithmische Normalverteilung als Korngrößenverteilung gibt es keine theoretische Rechtfertigung. Sie verdankt ihre Beliebtheit bei der Darstellung von Korngrößenverteilungen wohl vornehmlich der Verfügbarkeit geeigneten Graphenpapiers bzw. eingebauter Computerfunktionen. Von jeder wirklichen Kornverteilung unterscheidet sie sich dadurch, daß sie sich prinzipiell von der Größe 0 bis unendlich erstreckt. In Bild 11 wird sie mit der WH-Kurve und zur weiteren Illustration mit der Verteilung von Lifshitz und Slezow (46) und Wagner (44) für diffusionskontrollierte Ostwald-Reifung verglichen, wobei sie im Maximum etwa der WH-Verteilung angepaßt ist. Im Gegensatz zu den anderen Kurven und zu wirklichen Verteilungen ist sie besonders stark "rechtsschief" und nähert sich der Abszisse nur asymptotisch. Da die Schwänze der Verteilung nur schlecht meßbar sind, bleibt dies häufig unbemerkt.

Umrechnung von Schliffmessungen auf räumliche Korngröße

Die Sehnen- oder Flächenverteilungen geschnittener Objekte unterscheiden sich wesentlich (manchmal drastisch) von der räumlichen Größenverteilung. Dies hat drei Gründe:

1. Die Wahrscheinlichkeit dafür, daß ein Teilchen überhaupt eine Schnittfläche liefert, ist seiner Größe proportional. Kugeln werden dann geschnitten, wenn ihr Mittelpunkt in einer Schicht $\pm D/2$ um die Schliffebene liegt (Bild 12a).

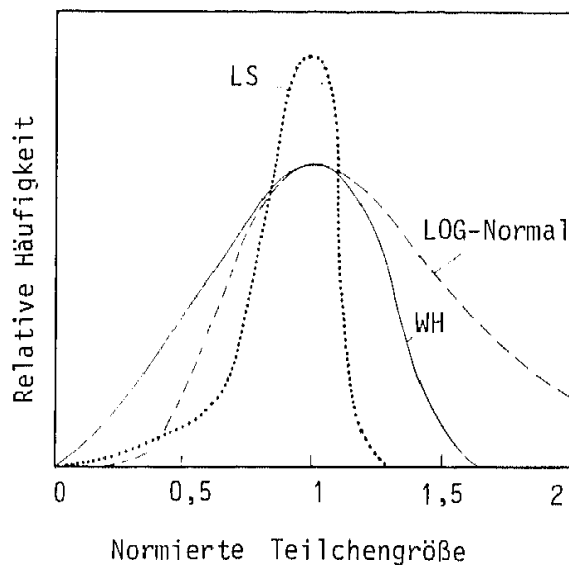


Bild 11: Drei wichtige Größenverteilungen:
 ----- log-Normalverteilung,
 Verteilung nach Lifshitz-Slezow (46),
 ——— Verteilung nach Wagner (44) und Hillert (43)

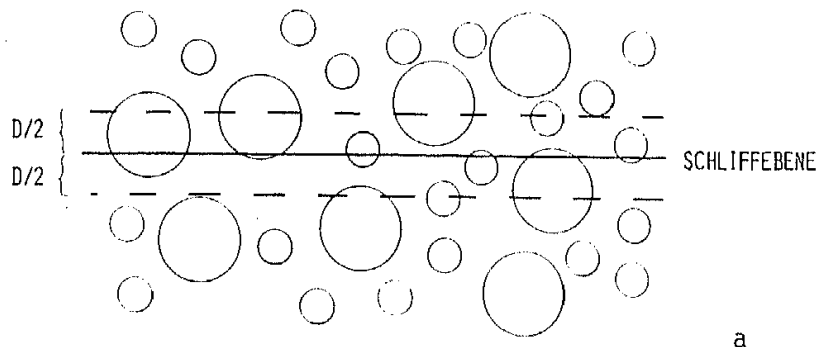
Betrachtet man beispielsweise die den größeren Teilchen in Bild 12a entsprechende Schicht, so werden von den vielen darin enthaltenen, kleinen Teilchen nur ganz wenige vom Schnitt erfaßt. Um ihre wahre Häufigkeit im Volumen zu bestimmen, muß die Schnittzahl nach dem Verhältnis der Erfassungswahrscheinlichkeiten hochgerechnet werden.

2. Wird ein Teilchen überhaupt geschnitten, so entscheidet sein Zentrumsabstand h von der Schnittebene, wie groß sein Schnittkreis wird (Bild 12b). Jede Teilchenklasse erzeugt also Schnittflächen aller Größen bis zu ihrem eigenen Durchmesser. Die gemessenen Schnitthäufigkeiten müssen auch hierfür korrigiert werden.
3. Nichtkugelige Teilchen erzeugen mehr Schnittflächen bzw. Sehnen als Kugeln von gleichem Volumen (Bild 12c).

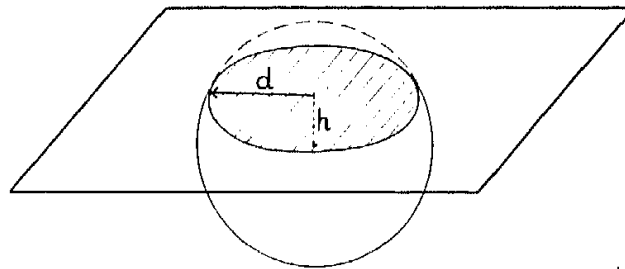
Für einfache Körper ist es verhältnismäßig leicht, die Wahrscheinlichkeitsfunktionen zu berechnen, die den Punkten 1. - 3. entsprechen (vgl. die Übersichtsarbeit von Exner (41)). Ihre Kombination ergibt die Häufigkeitsverteilung der Schnittflächen bzw. Sehnen, die von einem Kollektiv gleich großer Teilchen erzeugt werden. In einem weiteren Schritt kann man diese mit einer angenommenen Verteilung der räumlichen Teilchengröße kombinieren. Auf diese Weise haben verschiedene Autoren (43), (44), (47)-(49) Sehnen- und Schnittkreisverteilungen verschieden geformter Teilchen mit Größenverteilungen nach LS bzw. WH berechnet.

Bild 13 zeigt als Beispiel die Sehnenverteilungen von WH-verteilten Kugeln (50), Würfeln (51) und Kelvin-Tetraikaedern (51). Leider stehen derartige Berechnungen für den interessanteren Fall, nämlich Tetraikaeder nach Williams mit Größenverteilung nach Hillert und Hunderi et.al. noch nicht zur Verfügung.

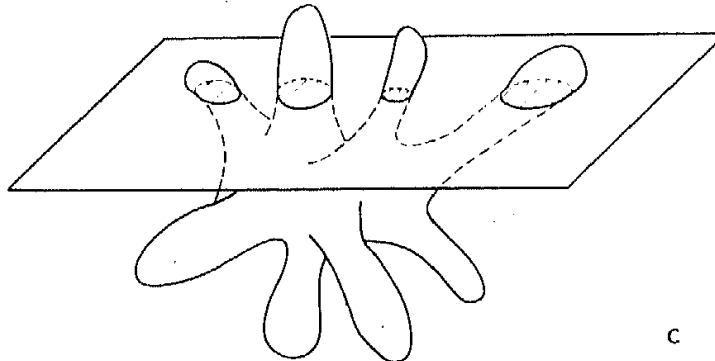
Wie man sieht, wird die Beziehung zwischen den Größenverteilungen im Raum und im Schnitt von der Teilchenform beeinflusst. Die direkte Umwandlung gemessener Sehnen- und Schnittflächendaten ist praktisch nur für kugelige Teilchen möglich. Die hierzu verfügbaren Rechenverfahren, ihre Grundlagen und ihre Entwicklung sind von Exner (41) dargestellt worden.



a



b



c

Bild 12: Zur Berechnung der mittleren Schnittfläche von Teilchen bekannter Form

- a: Die Erfassungswahrscheinlichkeit wächst mit der Größe der Teilchen
- b: Die Größe des Schnittkreises eines kugeligen Teilchens hängt von seinem Zentrumsabstand von der Schliffebene ab
- c: Nichtkugelige Teilchen ergeben mehr Schnittflächen als kugelige mit gleichem Volumen

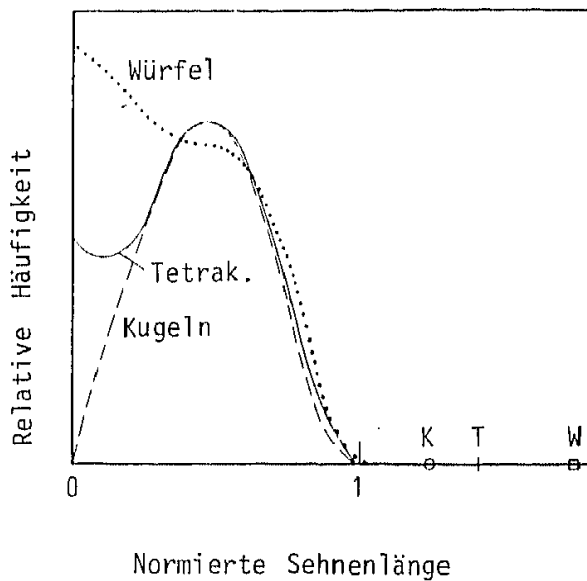


Bild 13: Verteilungen von Sehnenlängen (normiert auf Volumengleichheit) für WH-verteilte Kugeln (nach 50)), Würfeln (nach 51)) und Kelvin-Tetraedekaedern (nach 51)). Die maximalen Sehnenlängen sind auf der Abszisse markiert.

Hier sollen nur die einfachsten Methoden genannt werden, die sich sowohl für Sehnen wie für Schnittflächen mit der geometrischen Staffelung der Klassengrenzen nach Gl. 23 ergeben. So klassierte Sehnenlängenverteilungen $N(L_i)$ werden nach Blockstiegel (52) wie folgt auf die Verteilung der räumlichen Durchmesser $N(D_i)$ umgerechnet:

$$N(D_i + \frac{1}{2}) = \frac{4}{\pi c^2} \cdot \frac{2N(L_i) - N(L_{i+1})}{2^i} \quad (26)$$

Schnittkreisverteilungen werden am einfachsten nach einer von Exner (53) entwickelten Vereinfachung des Verfahrens von Saltykov (54) umgerechnet. Für die Verteilung der Schnittkreisdurchmesser d_i gilt:

$$N(D_i) = \frac{1}{d_i} \left[B_0 N(d_i) - \sum_{j=1}^{j=k} B_j N(d_i + j) \right] \quad (27)$$

wobei d_i = Schnittkreisdurchmesser = $2 \sqrt{A_i/\pi}$
 B_j = tabellierte Koeffizienten (53)
 k = Index der höchsten Klasse nach Gl. 23, die nicht leer ist.

Gl. 26 und 27 geben die Anzahlverteilung der räumlichen Durchmesser. Interessiert man sich für die Volumenanteile der verschiedenen Kornklassen, so muß jede Klasse mit der dritten Potenz des repräsentativen Durchmessers $D_i = \sqrt[3]{3} \cdot 2^{i/2}$ multipliziert werden (das ist jener Durchmesser, der unter den Körnern der Klasse $2^{i/2} \leq D < 2^{(i+1)/2}$ das mittlere Volumen ergibt):

$$V_V(D_i) = \frac{N(D_i) \cdot \bar{D}_i^3}{\sum N(D_i) \cdot \bar{D}_i^3} \quad (28)$$

Allerdings muß im Falle von Korngefügen vor der Umrechnung mit Formeln für kugelförmige Teilchen gewarnt werden. Schon Scheil (55) hat darauf hingewiesen, daß die Kugelform eine schlechte rechnerische Näherung für Korngefüge darstellt, obwohl sich die mittlere Korngestalt gar nicht sehr augenfällig von der Kugel unter-

scheidet. Sehnen- und Schnittflächenverteilungen reagieren aber empfindlich auf Abweichungen von der Kugelform (48),(56), vgl. Bild 12c.

Beim Testen von Hypothesen über Reaktionsmechanismen können Vergleiche zwischen gemessenen und erwarteten Größenverteilungen als besonders scharfe Kriterien dienen. Daß solche Tests auf der Basis der Sehnen- bzw. Schnittflächenverteilungen viel genauer ausgeführt werden können als nach der mit mehr Annahmen und Näherungen belasteten Umrechnung auf räumliche Größenverteilungen, ist schon früh von mehreren Autoren hervorgehoben worden (47),(49),(57).

Kürzlich haben Warren und Durand (18) gezeigt, daß man durch Vergleich gemessener mit computer-simulierten Sehnen- oder Schnittflächenverteilungen in wenigen Iterationsschritten auf die vorliegende Kombination von Verteilungstyp und Teilchenform schließen kann, wenn man die Iteration mit vernünftigen Form- und Verteilungsannahmen beginnt. Zusätzlich zu den Sehnen und Schnittflächen können dabei die Verteilungen geeigneter Formparameter wie z.B. des Verhältnisses zwischen Umfangsquadrat und Fläche, oder der Seitenzahl der Schnittfiguren (die mittels iterativer Transformation von Bildanalytoren automatisch erstellt werden können (32)) als Kriterien für den Anpassungsvorgang herangezogen werden (18),(58). Hierin ist wohl zur Zeit die meistversprechende und exakteste Methode zur Bestimmung von Form- und Größenverteilungen aus Schnittdaten zu sehen.

Korndichte und mittleres Kornvolumen

Es wurde schon betont, daß das mittlere Kornvolumen \bar{V} oder sein Kehrwert, die Korndichte N_V , am besten zur Charakterisierung der Korngröße geeignet wäre, daß diese Größen aber aus Messungen an einem einzigen Schliff nicht exakt (d.h. ohne Näherungsannahmen) bestimmbar sind. Die Wurzel des Problems ist die schwer erfaßbare und variierende Form der Körner. Beispielsweise verliert die empirische Beziehung zwischen N_V , N_A und \bar{L} (Gl. 19) bei ungewöhnlichen Formen oder Größenverteilungen ihre Gültigkeit. Die iterative Anpassungsmethode nach Warren und Durand würde es im Prinzip erlauben, Größenverteilung und Form der Körner aus Messungen an einem Schliff zu ermitteln (wobei freilich unterstellt werden muß, daß Körner aller Größen statistisch mit dem gleichen Formmodell beschrieben werden können). Wenn Größenverteilung und Form bekannt sind, läßt sich das mittlere Kornvolumen direkt aus der Verteilung ermitteln:

$$\bar{V} = k_V \cdot \frac{\sum N(x_i) x_i^3}{\sum N_i} \quad (29)$$

X hat hier die Bedeutung eines beliebigen linearen Größenmaßes (bei polyedrischen Körnern etwa die Kantenlänge); der Formfaktor k_V stellt die Beziehung zwischen X^3 und dem Volumen der Modellform her:

$$V = k_V \cdot X^3 \quad (30)$$

Gl. 29 ist die Bestimmungsmethode für \bar{V} , die mit den wenigsten Annahmen (größenunabhängige einheitliche Kornform) auskommt.

Für Größenverteilungen mit zwei Parametern, z.B. Median X_m und Streuungsmaß σ , haben DeHoff (59) und Bach (60) gezeigt, daß sich aus den durch bloße Zählung an einem Schliff bestimmbare Daten P_L , N_A und V_V (für zusammenhängende Körner in einphasigen Stoffen gilt immer $V_V = 1$) sowohl die beiden Parameter der Verteilung als auch die Korndichte N_V bestimmen lassen. Beispielsweise gilt für logarithmisch-normalverteilte Korngrößen:

$$N_V = k_N \left(\frac{N_A}{P_L} \right)^3 \quad (31)$$

$$X_m = k_m \cdot \frac{P_L^4}{N_A^{5/2}} \quad (32)$$

$$\ln \sigma = \left[\ln \frac{k_\sigma N_A}{P_L^2} \right]^{1/2} \quad (33)$$

wobei k_N , k_m und k_σ wieder formspezifische Konstanten sind (für Kugeln: $k_N = 3\pi^2/4$, $k_m = 2^3/3^3\pi^5$, $k_\sigma = 3\pi/2$).

Unabhängig vom Typ der Verteilung, aber nur mit der schlechten Näherungsvorstellung kugelförmiger Korngestalt gilt schließlich nach Saltykov (61)

$$N_V = \frac{2}{\pi} \sum \frac{N(d_i)}{d_i} \quad (34)$$

wobei $N(d_i)$ die relative Anzahl der Schnittflächen mit Durchmesser in der Klasse d_i bedeutet.

Es wäre wünschenswert, daß mehr Schnittflächenreihenuntersuchungen an repräsentativen Gefügen ausgeführt würden. Man könnte daran überprüfen, wie große Fehler, etwa die Annahme einheitlicher (größenunabhängiger) Kornform in Gl. 29 entstehen. Zwar ist diese Annahme für die Beschreibung der tatsächlichen Kornformen eines Gefüges mit Sicherheit immer falsch (sie ist u.a. mit dem Mechanismus des Kornwachstums unvereinbar, der erwarten läßt, daß die kleinsten Körner weniger Flächen haben als die größeren). Noch ist aber nicht abzusehen, ob sie nicht eine statistische Beschreibung in ausreichender Näherung erlaubt. Wäre dies der Fall, so ließen sich darauf Methoden zur Bestimmung der räumlichen Korngrößenverteilung und der mittleren räumlichen Korngröße aufbauen, die vielseitiger und genauer sein könnten als die heute verfügbaren.

Bis hierüber Klarheit erreicht ist, bleibt zur exakten Bestimmung der wahren räumlichen Korngröße in jedem Fall nur die aufwendige Schnittreihenmethode.

Diese Arbeit wurde vom Österreichischen Fonds zur Förderung der Wissenschaftlichen Forschung (Projekt S 14-02) unterstützt.

Literatur

- (1) K.T. Aust, B. Chalmers, Met. Trans. 1 (1970) 1095
- (2) N. Gjostein und F.N. Rhines, Acta Met. 7 (1959) 319
- (3) C.S. Smith, "Metal Interfaces", Amer. Soc. Met., Cleveland, Ohio (1952) S.65
- (4) C.S. Smith, Trans. ASM 45 (1953) 533
- (5) C.S. Smith, Met. Rev. 9 (1964) 1
- (6) C.H. Desh, J. Inst. Met. 11 (1914) 57
- (7) W.M. Williams, C.S. Smith, Trans. AIME/J. Metals 194 (1952) 755
- (8) E. Scheil u. H. Wurst, Z. Metallkde. 28 (1936) 340

- (9) F.N. Rhines, K.R. Craig und D.A. Rouse, Met. Trans. 7A (1976) 1729
- (10) F.N. Rhines und K.R. Craig, Met. Trans. 5 (1974) 413
- (11) W. Thomson, Phil. Mag. 24 (1887) 503
- (12) R.E. Williams, Science 161 (1968) 276
- (13) J.D. Bernal, Nature 183 (1959) 141
- (14) H. Fischmeister, E. Arzt und L. Olsson, Powder Metall. 21 (1978) 179
- (15) J.L. Meijering, Philips Res. Rep. 8 (1953) 270
- (16) W.A. Johnson und R.F. Mehl, Trans. AIME 135 (1939) 416
- (17) M.C. Durand, G. Barbery, J. Grolier und M. Hucher, Sonderb. Prakt. Metallogr. 8 (1978) 288
- (18) R. Warren und M.C. Durand, "Derivation of Stereological Relationship by Computer Synthesis", Proc. Conf. "The Computer in Materials Technology", Linköping 1980
- (19) M. Bodyako und V. Kasichev, Sonderb. Prakt. Metallogr. 8 (1978) 202
- (20) K.L. Hanson, Acta Met. 27 (1979) 515
- (21) E. Heyn, Metallographist 6 (1903) 37
- (22) ASTM E 112-63
- (23) Z. Jeffries, Chem. Met. Eng. 18 (1918) 185
- (24) H. Schumann, "Metallographie", VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1960, S. 54
- (25) J.E. Hilliard, Metal Progress 85 (1964) 99
- (26) E.E. Underwood, "Quantitative Stereology", Addison-Wesley, Reading, Mass. 1970, S. 39
- (27) R.W. Snyder und H.F. Graff, Metal Progress 33 (1938) 377
- (28) G. Hillje, G. Redmann, Prakt. Metallogr. 13 (1973) 629
- (29) H.E. Exner, Prakt. Metallogr. 15 (1978) 15
- (30) C. Lantuejoul, Sonderb. Prakt. Metallogr. 8 (1978) 40
- (31) R. Nawrath und J. Serra, Microscop. Acta 82 (1979) 101 und 113
- (32) J. Serra, "Introduction à la Morphologie Mathématique", Cahiers du Centre de Morphologie Mathématique de Fontainebleau, Fasc. 3, Ecole Nationale Supérieure de Mines, Paris 1969
- (33) T. Hersant, D. Jeulin und P. Parniere, Rapp. IRSID RE 322, Jan. 1976, Engl. Fassung in Stereology Newsletter (Kernforschungszentrum Karlsruhe) 1976, KFK-Ext 6/67-6, S. 17; 1977, KFK-Ext 6/77-3, S. 81
- (34) S.A. Saltykov, "Stereometrische Metallographie", VEB Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1974
- (35) C.S. Smith und L. Guttman, Trans. AIME 197 (1953) 81
- (36) R.T. DeHoff und F.N. Rhines, "Quantitative Microscopy", McGraw-Hill, New York 1968
- (37) E.E. Underwood, Metals Handbook 8 (1973) 37

- (38) R.L. Fullman, Trans. AIME 197 (1953) 447
- (39) Lit. 26, S. 70
- (40) H.F. Fischmeister, C.-A. Blände und S. Palmqvist, Powder Metall. 4 (1961) 82
- (41) H.E. Exner, Intern. Metall. Revs. 17 (1972) 25
- (42) W. Müller, Leitz Mitt. Wiss. und Technik, Suppl. 1 Nr. 4 (1973) 101
- (43) M. Hillert, Acta Met. 13 (1965) 227
- (44) C. Wagner, Z. Elektrochemie 65 (1961) 581
- (45) O. Hunderi, N. Ryum und H. Westengen, Acta Met. 27 (1979) 161
- (46) I.M. Lifshitz und V.V. Slezow, J. Phys. Chem. Solids 19 (1961) 35
- (47) H.E. Exner, H. Fischmeister, Z. Metallkde. 61 (1970) 218
- (48) N.V. Naumovich und R. Warren, Sonderb. Prakt. Metallogr. 8 (1978) 161
- (49) H.E. Exner und H.L. Lukas, Metallography 4 (1971) 325
- (50) R. Warren und N. Naumovich, J. Microscopy 110 (1977) 113
- (51) N.V. Naumovich, M.N. Bodyako und V.P. Kasichev, Prakt. Metallogr. 17 (1980) 193
- (52) G. Bockstiegel, Z. Metallkde. 57 (1966) 697
- (53) H.E. Exner, Z. Metallkde. 57 (1966) 755
- (54) Lit. 34, Kap. 7
- (55) E. Scheil, Z. Metallkde. 27 (1935) 199
- (56) H. Itoh, Metallography 3 (1970) 407
- (57) J.J. Woodhead, Metallography 1 (1968) 35
- (58) J. Slater und B. Ralph, "The Determination of Particle Shape and Size Distributions Using Automatic Image Analysing Techniques", Proc. 4th Int. Congr. Stereology, NBS Special Publ. 431, Washington 1976, S. 177
- (59) R.T. DeHoff, Trans.AIME 233 (1965) 25
- (60) G. Bach, Z. Metallkde. 56 (1965) 376
- (61) Lit. 34, S. 269