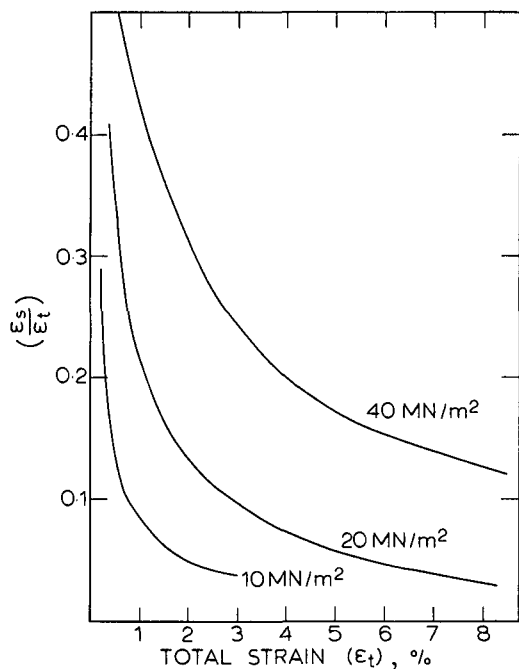


801

Reprinted from

**Metal
Science**



6 The predicted ratio of sintering strain to total strain as a function of total strain.

Conclusions

If cavities exist on grain boundaries across which a normal stress is applied the growth (under tension) or shrinkage

(under compression) can give rise to a diffusional creep component.

In uranium dioxide under compression this creep component measured from density changes is most pronounced in early stages of test.

A previous model by Harris *et al.*, which predicts the magnitude of the effect, has been modified to take into account a distribution of cavity sizes. Comparisons with this model give moderate agreement although the effect of stress is not fully described.

The discrepancy probably arises in these experiments because of the competing process of creep fracture which contributes to density change.

Acknowledgements

This paper is published by permission of the Central Electricity Generating Board.

References

1. F. H. Vitovec, *J. Mat. Sci.*, 1972, 7, 615.
2. J. E. Harris, M. O. Tucker, and G. W. Greenwood, *Metal Sci. J.*, 1974, 8.
3. D. Hull and D. Rimmer, *Phil. Mag.*, 1959, 4, 673.
4. B. Burton and G. L. Reynolds, *J. Nucl. Mat.*, 1972, 45, 10.
5. B. Burton and G. L. Reynolds, 'Proceedings Berkeley Conference on Physical Metallurgy of Reactor Fuel Elements', Berkeley Nuclear Laboratories, (1973).

Effects of a Free Surface on the Kinetics of Annealing Processes

P.-A. Comte and W. Form

Observations in the photoemission electron microscope and the optical microscope have been made on cold-worked copper specimens to ascertain the effect of a free surface on some aspects of the annealing kinetics. It can be shown that the kinetics of recrystallization at the surface is little, if at all, different from that of the recrystallization taking place simultaneously in the specimen bulk. Grain coarsening, on the other hand, starts invariably at the free surface and proceeds inward, so that only the beginning of this annealing stage can be investigated by continuous surface observation.

It has often been said that kinetic data from free-surface observations must be interpreted with caution.¹ In fact, analysis by direct and continuous study of any structural change taking place in a metal or alloy is subject to the question: Do the phenomena at the surface reflect what occurs simultaneously in the interior of the sample? Since we use the photoemission electron microscope (PEEM)² in our studies of the annealing kinetics of deformed bulk samples, this question was, of course, of great significance. It is well established that structural changes involved in annealing are not accompanied by shape change (civil-type transformation), so that optical hot-stage microscopy does not permit continuous observation of the processes involved² except in optically anisotropic materials under polarized light.

Since no quantitative data are available from the literature on this important aspect, we decided to investigate it in order to ascertain the degree of caution that must be exercised to reduce the uncertainty at present implicit in structural analyses by surface observation.

Materials and Procedure

The annealing treatments were conducted on oxygen-free copper (99.95%) bars, subjected to an initial cold work/annealing cycle to obtain a range of grain sizes before final cold reduction on a draw bench. Cylindrical specimens of 6 or 9 mm dia. and 2 to 5 mm high were subsequently cut, polished,³ and inserted into the PEEM. The latter was operated at 40 kV and a vacuum of 10^{-7} torr.*

Isothermal heating runs were carried out in the microscope, both in the region of recrystallization, i.e. in the temperature range where the formation of strain-free grains varies from 0 to 100%,³ and in the grain-coarsening range.

Continuous surface observations were made at fixed temperatures up to a given time, and the sample then cooled

in the PEEM to room temperature. Subsequently, the specimen was cut in an axial direction along a diameter, i.e. perpendicular to the plane of observation in the PEEM, and polished and etched. Optical microscope examination of the longitudinal surface thus exposed, together with the previous observations of the cross-section in the PEEM, permitted an assessment of the extent to which structural changes observed at a free surface reflected behaviour in the bulk. Microphotographs were taken in the optical microscope only for the reasons stated below. Grain size is indicated in terms of an average grain diameter, which was computed from the mean values of the horizontal and vertical projection of the grains in a given section.

Results

Influence of Annealing Temperature

It is well known that for a given chemical composition the range of recrystallization depends upon the cold-worked grain size, as well as on the type and amount of deformation. With the material in question this range extends roughly from 270 to 400°C for drawing reductions up to ~60%.

The examples selected to illustrate the points to be made all stem from samples drawn 48.3%.

Fig. 1 shows a partially recrystallized specimen annealed in the PEEM. A large initial grain size (400 μm) was selected to make the new strain-free grains readily visible. The plane viewed in the PEEM was photographed in the optical microscope (Fig. 1(a)) since for this particular structure the minimum distortion-free magnification in the PEEM was too large for a sufficient number of grains to be shown. Fig. 1(b) shows a section perpendicular to that in Fig. 1(a), also photographed in the optical microscope. It is clear that the amount of recrystallization visible at the free surface in the PEEM (~10%) corresponds to that in the specimen bulk. There is thus no evidence of recrystallization occurring preferentially at the free surface.

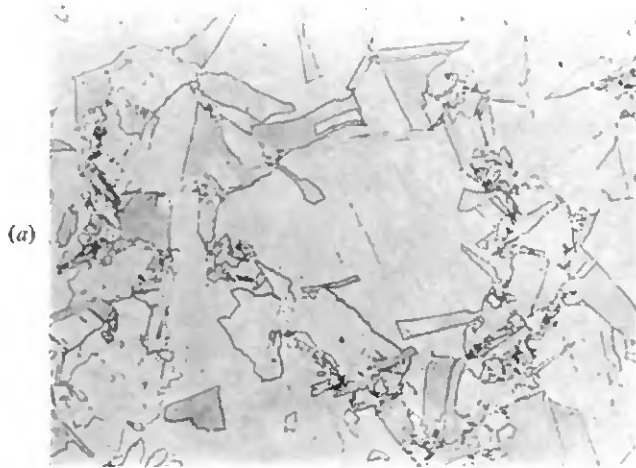
Fig. 2 represents a longitudinal section observed through the optical microscope at that stage of annealing when recrystallization in the PEEM had practically reached completion. It can be seen that the bulk of the sample is completely recrystallized also.

With a heating rate of ~30 deg C/min between stages isothermal grain-coarsening treatments were carried out at a number of temperatures for 10 min, 30 min, and 1 h. For instance, after an annealing time of 10 min, coarsening was first detected at 700°C. Fig. 3 shows a corner (a) and a mid-section (b) of a sample heated in the PEEM for 30 min at 720°C. A distinct difference is now evident between the grain size near the free surface and that in the interior of the specimen.

Coarsening proceeds preferentially from the corners to the centre. However, if the width of the specimen is appreciably

* 1 torr = 133 N/m².

Paper No. MS 395. Manuscript received 26 November 1973; in final form 15 July 1974. P.-A. Comte, Ing. en microtechnique, is at the University of Neuchâtel, Switzerland, where Professor W. Form, DSc, FIM, is Director of the Institute of Structural Metallurgy.

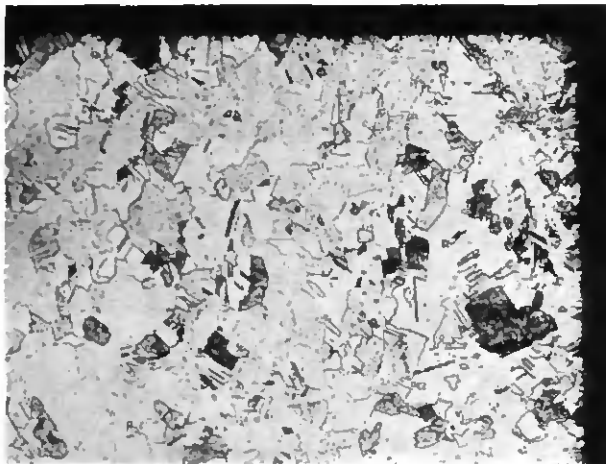


(a)



(b)

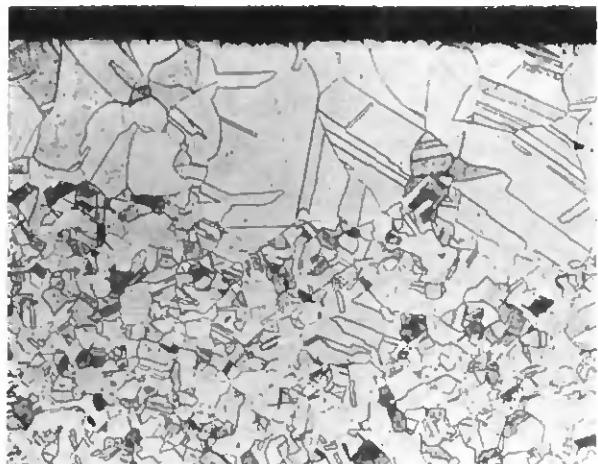
- 1 (a) Sample partially recrystallized in the PEEM and viewed in the optical microscope (OM), $\times 50$.
 (b) Same sample viewed in the OM in a perpendicular section, $\times 50$.
 (The section previously viewed in the PEEM is always that on the top of the perpendicular micrographic sections shown in this paper).



- 2 Sample that reached $\sim 100\%$ recrystallization in the PEEM, as viewed in the OM, $\times 50$.



(a)



(b)

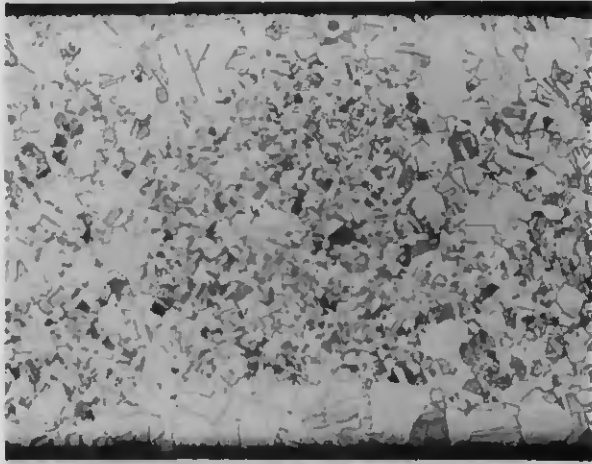
- 3 Corner (a) and mid-section (b) of a sample annealed at 720°C for 30 min in the PEEM, as viewed in the OM, $\times 50$.

greater than its height (9 mm dia.) coarsening may also proceed over bands extending from top to bottom of the sample (Fig. 4).

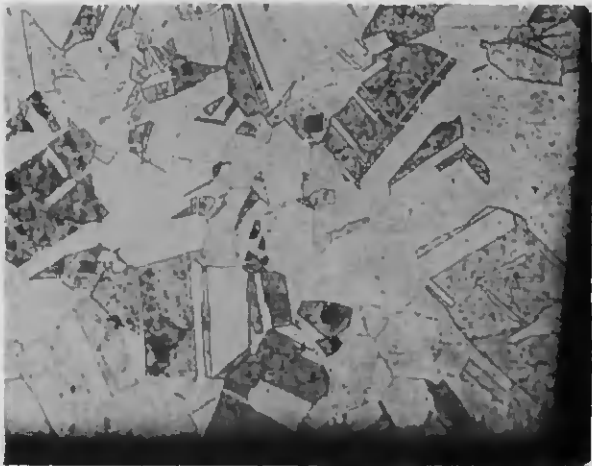
At 740°C (Fig. 5) grain coarsening extends further inward and at 790°C (Fig. 6) is practically complete. One also observes from the latter figure that grain coarsening at the free surface proceeds in a manner that tends to arrange a high percentage of grain boundaries in a direction perpendicular to the free surface, or nearly so. The results of a statistical analysis of this aspect, made directly at the free surface, on one hand, and at some distance below, on the other hand, are shown in Fig. 7. The Kolmogorov-Smirnov one-sample test,⁴ when applied to these results, attests to the significance of this orientation trend.

A similar series of specimens was examined in the PEEM after cold swaging. This method of cold working displaces grain coarsening to a somewhat higher temperature range; otherwise the observations made when annealing drawn samples were confirmed.

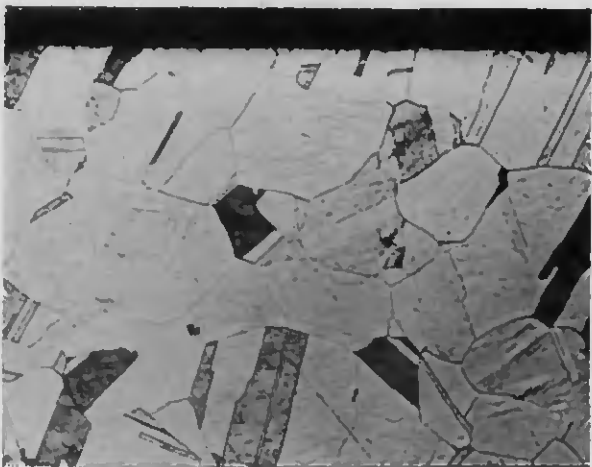
On the basis of these and other microstructural analyses one can plot the graph shown in Fig. 8. Smooth curves were drawn through the maximum and minimum values determined experimentally. It must be emphasized that these graphs have a semi-quantitative or indicative character only, since the number of grains analysed was too small to make



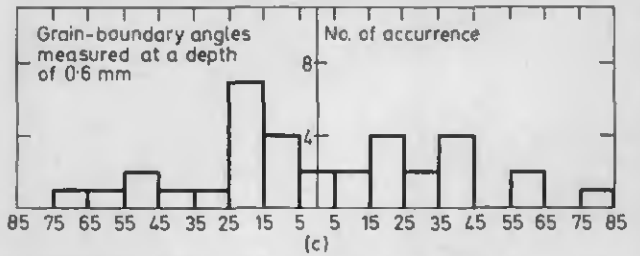
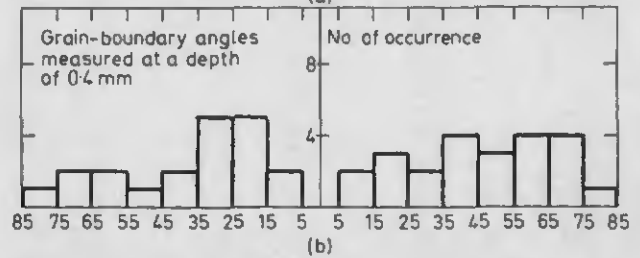
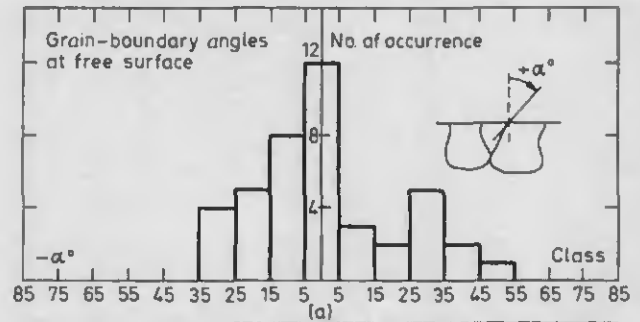
4 Banding in a large sample during grain coarsening at 720°C for 30 min in the PEEM, as viewed in the OM. $\times 25$.



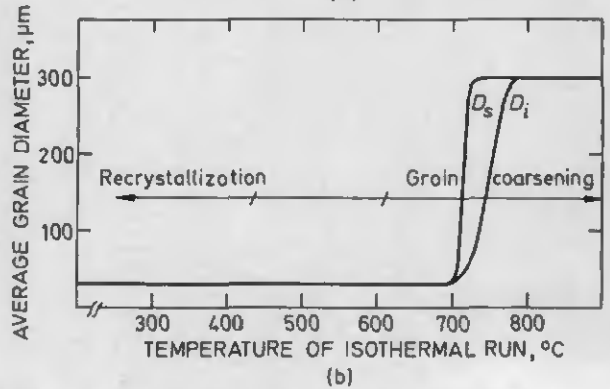
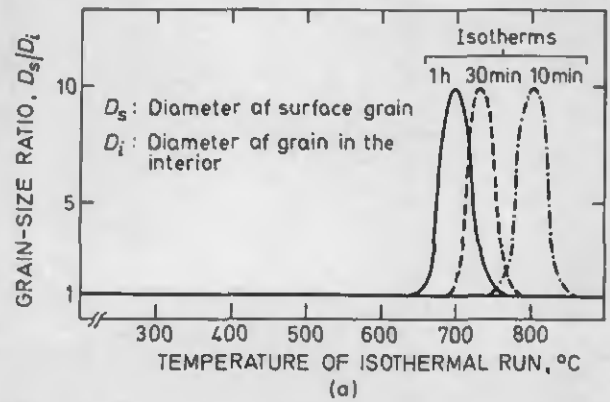
5 Corner of a sample annealed at 740°C for 30 min in the PEEM, as viewed in the OM. The lower part to the right has not yet coarsened. $\times 50$.



6 Mid-section of a sample annealed at 790°C for 30 min in the PEEM, as viewed in the OM. Grain coarsening is complete. $\times 50$.



7 Statistical analysis of the inclination angle of grain boundaries relative to the normal of the observation plane in the PEEM in the immediate vicinity and below this plane.



8 (a) Grain-size ratio D_s/D_i as a function of temperature of annealing for three annealing times. (b) Average grain diameter at the free surface and in the interior as a function of annealing temperature after 30 min.

the rigorous statistical analysis required for quantitative grain-size evaluations.

The major points emerging from these results can be summarized as follows: in the range of recrystallization and up to the beginning of grain coarsening the grain size at the free surfaces, as observed in the PEEM, is the same (statistically) as that in the specimen bulk. On raising the temperature further a stage will be reached at which the grains at the free surfaces (and notably in the corners) coarsen rapidly to a final size fixed by the annealing temperature. With increasing temperature the coarsening front progresses toward the specimen centre, where grain coarsening thus occurs later than at the surface. Consequently, for any given annealing time an intermediate temperature range exists where structural changes at the surface are not accompanied by similar changes in the specimen bulk.

Sundry Experiments

We have also examined the effect of the amount of cold work on grain development during annealing by varying the amount of reduction between 10 and $\sim 50\%$, but could observe no important difference from that reported above for 48.3% reduction. Thus, the amount of cold work does not seem to have a significant effect on the relationships illustrated in Fig. 8.

Perhaps the most interesting influence was exerted by the type of atmosphere surrounding the specimen during heat-treatment.

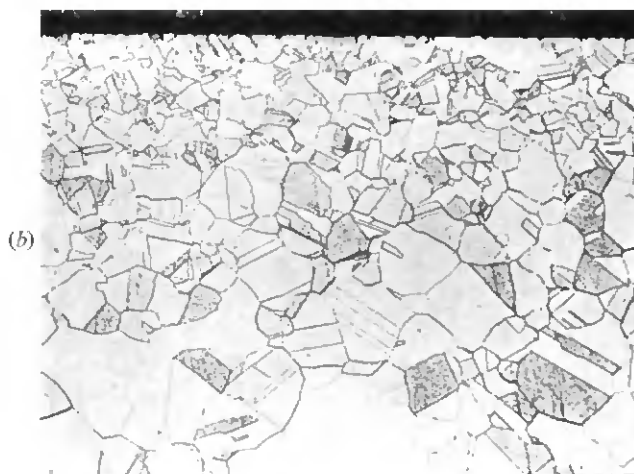
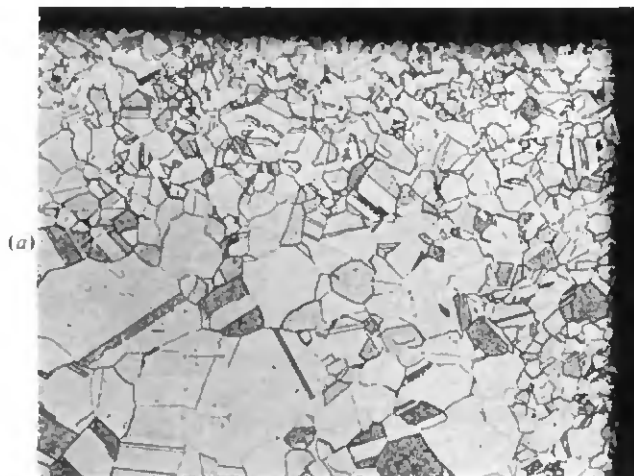
All the results discussed so far were obtained on samples annealed in the PEEM in a vacuum of $\sim 10^{-7}$ torr. When heat-treatment was carried out in an air furnace instead, not only is a substantial increase in the minimum grain coarsening temperature observed (Fig. 9), but also a reversal of the coarsening sequence; in other words, coarsening of the specimen interior occurs before it sets in at the 'free' surface (Fig. 10).

Discussion

Analysis of cross-sections perpendicular to the observation plane in the PEEM brought out clearly that dynamic studies of the recrystallization process in the PEEM do reflect the kinetics in the bulk. Contrary to this, direct and continuous surface observations in the grain-coarsening range indicate grain-boundary movements that do not take place simul-



9 Corner of a sample annealed at 750°C for 2 h in an air furnace, as viewed in the OM. No grain coarsening has taken place. $\times 50$.



10 Corner (a) and mid-section (b) of a sample annealed at 850°C for 2 h in an air furnace, as viewed in the OM. Coarsening has taken place in the interior, but not at the free surface. $\times 50$.

taneously in the specimen interior. In other words, the free surface appears to have a significant effect on grain coarsening, but not on recrystallization. This result is not astonishing in itself. Elementary calculations show that the stored energy after cold work in the form of dislocation energy is at least two orders of magnitude larger than the surface energy of a typical metal. Consequently, recrystallization is controlled by a bulk and not a surface property.

Moreover, in a heavily deformed specimen regions near the grain boundaries are more severely deformed than the centre of the grain,⁵ so that the dislocation density there is higher. Consequently, recrystallization must be initiated preferentially at grain boundaries and not at a free surface, which, moreover, has been created only after the sample had been cold worked; this despite the fact that the surface energy is several times larger than the grain-boundary energy. On this basis the insensitivity of recrystallization to the plane of observation can be explained. One may thus conclude that the kinetics of bulk recrystallization can be ascertained from surface observation with fair accuracy.

Grain coarsening, on the other hand, sets in long after the dislocation density had been reduced to ~ 1 ppm or less of the value typical for the cold-worked state. The driving force for coarsening is thus almost exclusively due to excess grain-boundary energy.¹ Since this energy in the first grain layer at a

free surface contains also a certain amount of surface energy, and since the ratio between surface and grain boundary energy is $\sim 3 : 1$ for copper,⁶ preferential grain coarsening starting at the free surface can be understood.

This interpretation is also supported by the fact that, in all specimens heated in the PEEM, grain coarsening proceeding from the free surface inwards was never accompanied by separate coarsening somewhere in the interior. Thus it seems as if the small recrystallized grains would in fact coarsen at a much higher temperature, were it not for the catalysing effect exerted by the free surface. Of course, once grain coarsening has set in, the local driving force is augmented by the large difference in radius of curvature between the coarsened and the fine grains. Also, the tendency of the grain boundaries in the first layer to align themselves in a direction perpendicular to the free surface indicates their drive to reach local equilibrium.

These conclusions are underlined by the observations made on samples heated in an air furnace (Figs. 9 and 10), which illustrate that blocking the interfaces at or near the free surface by diffused oxygen or by oxide formation raises the lowest grain-coarsening temperature considerably. In fact, the catalysing effect exerted otherwise by the free surface has been totally immobilized, so that finally the grains in the interior will coarsen first, but at a much higher temperature than when heated in the PEEM.

These observations made during annealing processes cannot readily be extrapolated to other kinetic processes. For instance, it is entirely possible that precipitates forming at a free surface have a different shape than those forming simultaneously in the bulk, in view of the differences in constraints imposed in such particles at the surface as compared with those in the interior. At the beginning of grain coarsening, however, no other processes are taking place simultaneously in the bulk. Since, in the absence of a blocking phenomenon, grain growth starts invariably at the free surface, one can follow correctly at least the initial phase of its kinetics by surface observation. Once the surface is covered by the new coarsened-grain structure, the latter remains invariant to the eye of the observer, although coarsening continues in the interior.

Conclusions

As far as the study of the annealing kinetics by direct and continuous observation in the photoemission electron microscope is concerned, we may draw the following conclusions from the results presented:

(1) The free surface (plane of observation in the PEEM) is not *per se* a preferred site for the onset of recrystallization. Thus, the kinetics determined from such observations reflects (on a statistical basis, of course) what happens simultaneously in the specimen bulk.

(2) Grain growth in the PEEM starts preferentially at the specimen corners and at the plane of observation, and progresses inwards. No separate grain coarsening has been found to start in the interior. In this annealing range, observations made at a free surface reflect the true initial phase of the grain-coarsening process only.

(3) If annealing is carried out in an air furnace, grain growth can be appreciably retarded. Apparently the preferential sites of this process near the surface (analogous to heterogeneous nucleations) are blocked by contamination, so that the temperature has to be raised substantially before the grains in the interior can coarsen (analogous to homogeneous nucleation).

Acknowledgements

The authors wish to acknowledge the financial support of the Swiss Foundation for Scientific Research, which made this study possible.

References

1. J. W. Christian, 'The Theory of Transformation in Metals and Alloys', p. 735. 1965: Oxford, etc. (Pergamon Press).
2. G. Gindraux and W. Form, *Mém. Sci. Rev. Mét.* 1970, **67**, 617.
3. M. Schweizer and W. Form, *J. Inst. Metals*, 1973, **101**, 24.
4. S. Siegel, 'Nonparametric Statistics for the Behavioral Sciences', 1956: New York and London (McGraw-Hill).
5. R. P. Carreker and W. R. Hibbard, *Trans. Amer. Inst. Min. Met. Eng.*, 1957, **9**, 1157.
6. N. A. Gjostein and F. N. Rhines, *Acta Met.*, 1959, **7**, 319.

Statistical Aspects of the Recrystallization and Grain Growth Kinetics.

Statistische Betrachtung der Kinetik von Rekristallisation und Kornwachstum.

Pierre-André Comte, Willy Form

(Institute of Structural Metallurgy, University of Neuchâtel, Switzerland)

Sonderdrucke aus Zeitschrift „Praktische Metallographie“

Band 13 (1976), Heft 1 + 2, S. 9 - 22 und 80 - 86

DR. RIEDERER VERLAG GMBH STUTTGART

Statistical Aspects of the Recrystallization and Grain Growth Kinetics. Part 1

Statistische Betrachtung der Kinetik von Rekrystallisation und Kornwachstum. Teil 1

PIERRE-ANDRÉ COMTE; WILLY FORM

(Institute of Structural Metallurgy, University of Neuchâtel, Switzerland)

1. Introduction

When studying the thermally activated evolution of a new strain-free structure which has previously been cold worked, one encounters the following two principal difficulties:

- the observations as a function of time and temperature cannot be made on one specific region in one and the same specimen, but must be done on different regions on a number of samples each heat-treated at a different temperature and for a different time period;
- the observations cannot be made on a volume basis, but are restricted to an arbitrary planar surface of the specimen.

The latter difficulty can be overcome by reconstructing the third dimension of the grain structure through analysing successive sections. Since this is a rather tedious process, the grain structure analysis in three dimensions has, above all, been done on a theoretical¹⁾ rather than on an experimental basis. The first difficulty mentioned above can be met by using the photoemission electron microscope (PEEM), which permits continuous observations of microstructural changes on one and the same specimen, in one and the same area²⁾. This can be done irrespective of whether such changes are accompanied by a shape change (military transformation) or not (civil transformations).

The application of the PEEM to the recrystallization and grain growth of copper and aluminum bronze has yielded highly interesting results both as far as basic aspects of the recrystallization kinetics²⁾ and as far as annealing twin formation³⁾ is concerned.

The statistical nature of these two relaxation phenomena and its modification with the evolution of the new structure has, however, not yet been ad-

1. Einleitung

Untersucht man die thermisch aktivierte Bildung eines neuen spannungsfreien Gefüges nach einer vorangegangenen Kaltverformung, so stößt man auf die beiden folgenden Schwierigkeiten:

- Die Untersuchung der Abhängigkeit von Zeit und Temperatur läßt sich nicht in einem spezifischen Gebiet von ein und derselben Probe durchführen, sondern erfolgt an verschiedenen Gebieten mehrerer Proben, die alle bei verschiedenen Temperaturen und mit verschiedenen Glühdauern wärmebehandelt wurden.
- Die Untersuchungen können nicht im Probenvolumen stattfinden, sondern sind auf einen willkürlichen Schnitt durch die Probe beschränkt.

Die letztgenannte Schwierigkeit läßt sich dadurch beheben, daß durch eine Untersuchung einer Folge von Schnitten die dritte Dimension des Korngefüges rekonstruiert wird. Da es sich hierbei aber um ein sehr mühseliges Verfahren handelt, wird die Gefügeanalyse in drei Dimensionen meistens nur theoretisch¹⁾ und nicht experimentell durchgeführt. Die erstgenannte Schwierigkeit kann durch die Verwendung des Photoemissionselektronenmikroskopes (PEEM) behoben werden, das eine kontinuierliche Beobachtung von Gefügeänderungen in ein und derselben Probe und in ein und demselben Bereich ermöglicht²⁾. Dies ist auch unabhängig davon möglich, ob diese Änderungen von einer Formänderung (military transformation) begleitet sind oder nicht (civil transformation).

Die Anwendung des PEEM zur Beobachtung der Rekrystallisation und des Kornwachstums von Kupfer und Aluminiumbronze ergab sehr interessante Ergebnisse sowohl bei den grundlegenden Beziehungen der Rekrystallisationskinetik als auch für die Bildung von Glühwillingen³⁾.

Das statistische Verhalten dieser zwei Möglichkeiten der Spannungsrelaxation und seine Modifizierung durch das Auftreten eines neugebildeten Gefüges

equately examined, so that some important details of their kinetics could not be clearly ascertained.

Considerable work has been done in the meantime on this aspect, and it is the purpose of this paper to summarize our respective findings. Thereby, we shall restrict ourselves to statistical aspects both as far as grain size evolution and topological features are concerned. This then sets the stage for an interpretative study of the recrystallization and grain growth kinetics itself, the results of which will be the subject of another paper to be published shortly.

2. Two-dimensional analysis

2.1. Isothermal recrystallization

We have previously found²⁾ that a temperature range exists for a given cold worked sample, within which recrystallization takes place only partially. In other words, at a fixed temperature within this range, recrystallization proceeds only to a certain degree which increases with temperature. This so-called saturation phenomenon cannot be described by the well-known Avrami theory of recrystallization, since this theory requires that recrystallization proceeds to completion at any temperature above the minimum recrystallization temperature.

In view of our previous work on this topic we decided to begin our statistical considerations with a more detailed analyses of isothermal recrystallization.

For this purpose we cold worked OF-Cu (99.92% Cu) specimens in a draw bench by various amounts to a final diameter of 5 mm. Cylinders of 5 mm height were subsequently polished and inserted into the PEEM, where they were heated to the desired temperature and held for periods up to 5 hours. Pictures were taken at magnifications ranging from 500 to 1000 × as the new strain-free grain structure developed. Details of specimen preparation, heating and observation techniques have been described previously²⁾³⁾.

2.1.1. Method of analysis

In evaluating the micrographs taken in the PEEM, we had to decide on the following 3 points:

wurden bisher noch nicht ausreichend untersucht, so daß einige wichtige Einzelheiten ihrer Kinetiken nicht eindeutig festgelegt werden konnten.

Inzwischen sind umfangreiche Untersuchungen auf diesem Gebiet durchgeführt worden, und dieser Artikel soll unsere diesbezüglichen Ergebnisse zusammenfassen. Wir wollen uns dabei auf statistische Aussagen über die Änderung von Korngröße und von topologischen Gefügeerscheinungen beschränken. Damit werden die Grundlagen für eine Interpretation der Rekristallisation und der Kornwachstumskinetik selbst geschaffen, deren Ergebnisse das Thema einer demnächst zu veröffentlichen Arbeit sein werden.

2. Zweidimensionale Untersuchung

2.1. Isotherme Rekristallisation

In einer früheren Arbeit²⁾ haben wir festgestellt, daß es für eine kaltverformte Probe einen bestimmten Temperaturbereich gibt, in dem die Rekristallisation nur teilweise abläuft. D.h. für eine gegebene Temperatur innerhalb dieses Bereiches läuft die Rekristallisation nur bis zu einem bestimmten Prozentsatz ab, der mit steigender Temperatur zunimmt. Dieses sogenannte Sättigungsphänomen läßt sich nicht mit der bekannten Avrami-Rekristallisations-Theorie erklären, da diese Theorie voraussetzt, daß die Rekristallisation bei allen Temperaturen oberhalb der minimalen Rekristallisationstemperatur vollständig abläuft.

Bezugnehmend auf unsere früheren Arbeiten über dieses Thema beschlossen wir, unsere statistischen Untersuchungen mit einer etwas detaillierteren Betrachtung der isothermen Rekristallisation zu beginnen.

Hierzu verformten wir Proben aus sauerstofffreiem Kupfer (99,92% Cu) in einer Ziehapparatur mit verschiedenen Verformungsgraden bis zu einem Enddurchmesser von 5 mm. Zylinder mit einer Höhe von 5 mm wurden anschließend poliert und in das PEEM eingesetzt, wo sie auf die gewünschte Temperatur erhitzt und bis zu 5 h gehalten wurden. Von dem neugebildeten, spannungsfreien Gefüge wurden Aufnahmen mit Vergrößerungen zwischen 500 und 1000 × angefertigt. Einzelheiten der Probenpräparation, der Aufheizung und der Beobachtungsverfahren wurden bereits anderswo beschrieben²⁾³⁾.

2.1.1 Untersuchungsverfahren

Bei der Auswertung der Gefügebildungen, die wir im PEEM angefertigt hatten, mußten wir zunächst die folgenden drei Fragen klären:

- which parameters should we select to assess the structural modifications observed;
- what method should we use to measure these parameters;
- which statistics is the most appropriate one.

Since recrystallization proceeds by the movement of grain boundaries we decided to express the percent recrystallization by the fraction of the area swept over by such grain boundaries in a given time interval. In addition to grain size, and in view of its importance for local equilibrium, the number of sides of a given grain was selected as the significant topological parameter.

Since grains are often complex, irregular and of a large variety of shapes, no consensus among researchers exists as to how to express their size by a single parameter. By comparing various grain "diameters", based on line interception, projection, equivalent area methods we concluded that any one of these methods could be used for the study of the evolution of the new strain-free structure. We selected the mean value of the horizontal and the vertical projection of a grain as the representative parameter of the grain size, and this merely on the basis of the simplicity with which it can be measured and computed.

We had initially planned to carry out the entire quantitative structural analysis on an image analyzer. However, certain short-comings of such an instrument, notably the impossibility to measure correctly those grains, whose circumference had several intrusions, made an automatic analysis too imprecise to be appropriate for our purpose. This method was, nevertheless employed in some cases, for instance to determine the distribution of the grain circumferences.

The grain area, on the other hand, was almost exclusively measured manually. The corresponding method consisted in the superposition of a grid, containing a total of 2255 points, on our micrographs and determining the fraction of points being situated in the area of the newly formed grains. According to *Abrams*⁴⁾ the calculated error is at a maximum for 50% recrystallized area and has a value of 0.01. The coefficient of variance, is accordingly, $0.01/0.5 = 2 \times 10^{-2}$. With the graphs provided by *Abrams* the precision of our point intersection method can be determined to be

- Welche Parameter sollten wir zur Beschreibung der Gefügeänderungen auswählen?
- Mit welchen Verfahren sollten wir diese Parameter messen?
- Welche Darstellung der Korngrößenverteilung ist am geeignetsten?

Da die Rekristallisation durch eine Korngrenzenbewegung erfolgt, entschieden wir uns dafür, den Prozentanteil des rekristallisierten Gefüges durch den Anteil an der Gesamtfläche auszudrücken, über den die Korngrenzen in einem gegebenen Zeitintervall gewandert sind. Zusätzlich zu der Korngröße und wegen ihrer Bedeutung für die örtliche Gleichgewichtseinstellung wurde die Anzahl der Seiten eines gegebenen Kornes als signifikanter topologischer Parameter ausgewählt.

Da die Körner oft kompliziert, unregelmäßig und sehr verschieden geformt sind, herrscht bei den Wissenschaftlern keine Übereinstimmung darüber, wie ihre Größe durch einen einzigen Parameter ausgedrückt werden könnte. Wir verglichen verschiedene „Korndurchmesser“, die wir durch Linienschnitt-, Projektions- und Äquivalentflächen-Verfahren bestimmt hatten, und kamen zu dem Schluß, daß jedes dieser Verfahren zur Beschreibung der Entstehung eines spannungsfreien Gefüges verwendet werden kann. Wir wählten den mittleren Wert der horizontalen und vertikalen Projektion eines Kornes als Parameter für die Korngröße, weil dieser Wert sehr leicht gemessen und in Rechenmaschinen verarbeitet werden kann.

Zunächst hatten wir geplant, die gesamte quantitative Gefügeanalyse mit einem Bildanalysator durchzuführen. Bestimmte Nachteile eines solchen Gerätes, wie vor allem die Schwierigkeit, Körner genau zu messen, deren Umfang zahlreiche Einbuchtungen aufweist, machten jedoch eine automatische Gefügeanalyse für unsere Zwecke zu ungenau. In einigen Fällen verwendeten wir dieses Verfahren aber dennoch, wie z. B. zur Bestimmung der Verteilung des mittleren Kornumfanges.

Andererseits wurde die Kornfläche fast ausschließlich manuell gemessen. Hierzu überlagerten wir dem Gefügebild ein Gitter mit insgesamt 2 255 Punkten und bestimmten den Anteil der Punkte, die auf die neugebildeten Körner fallen. Nach *Abrams*⁴⁾ hat der berechnete Fehler seinen Höchstwert von 0,01 bei 50% rekristallisierter Fläche. Der Varianzkoeffizient ergibt sich entsprechend mit $0,01/0,5 = 2 \times 10^{-2}$. Mit den von *Abrams* aufgestellten Diagrammen konnten wir die Genauigkeit unserer Punktanalyse abschätzen. Sie beträgt 3% bei einem Vertrauensbereich von 95%.

a priori 3% at a confidence level of 95%. By repeating the measurements on a given micrograph 10 times we determined experimentally an error varying between 2 and 6%. This is in rather good agreement with the value of 3% predicted by *Abrams'* technique. It should be emphasized that these error values are minimum values. In fact, the error depends also on the quality of the micrograph on which the analysis is being performed. In most instances the orientation contrast in the PEEM, vital for this type of dynamic analysis, developed beautifully, as is shown in Fig. 1. In some cases this contrast was less pronounced leaving some doubt as to the exact area of a new grain.

As far as the type of appropriate statistics is concerned, we selected the cumulative event presentation. This was based on the results of several researchers in the field⁽¹⁴⁾⁽⁵⁾⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾, who have shown that the grain size in a given cross-section is distributed according to a log-normal law. As a consequence, a plot of cumulative events against grain size should give a straight line from which the median value (50% of the cumulative events) can easily be read.

2.1.2. Results from isothermal recrystallization runs

The first point to examine was whether the log-normal grain size distribution was already fully established during the early recrystallization stages, or whether it developed only gradually as recrystallization proceeded, as has been assumed by *Schückher* who considered the log-normal distribution an equilibrium situation⁽¹⁾

For this purpose we heated an OF-Cu specimen, previously drawn 48% in the PEEM and observed its recrystallization kinetics at 320°C. The initial average grain size was 42 µm.

Our statistical sample included between 50 and 60 grains per micrograph. Below 20% recrystallization the number of new grains was insufficient for an adequate statistics, so that no results are presented for the very first recrystallization stage.

As can be seen from Fig. 2 the grain size distribution is log-normal at the early stages of recrystallization already.

Wurden die Messungen an einem gegebenen Gefügebild zehnmal wiederholt, bestimmten wir experimentell einen Fehler zwischen 2 und 6%, was verhältnismäßig gut mit dem von *Abrams* vorausgesagten Fehler von 3% übereinstimmt. Es muß betont werden, daß es sich bei den Fehlerangaben um Minimalwerte handelt. Bei der praktischen Ausführung der Messung hängt der Fehler außerdem noch von der Qualität der verwendeten Gefügebildungen ab. Meistens bildete sich der Orientierungskontrast im PEEM, der für diese Art der dynamischen Untersuchung notwendig ist, sehr gut aus, wie aus Fig. 1 hervorgeht. In einigen Fällen war dieser Kontrast jedoch weniger deutlich, so daß die genaue Fläche eines neu gebildeten Kornes nicht eindeutig zu ermitteln war.

Was die Darstellungsweise der Korngrößenverteilung betrifft, so entschieden wir uns für Summenhäufigkeitsverteilungen. Unser Entschluß war durch die Ergebnisse verschiedener Wissenschaftler begründet^{(14)(5) bis 11)}, die gezeigt haben, daß die Korngrößenverteilung in einem gegebenen Querschnitt einer logarithmischen Normalverteilung entspricht. Infolgedessen muß eine Auftragung der Summenhäufigkeit gegen die Korngröße eine Gerade ergeben, bei der der Medianwert (50% Summenhäufigkeit) leicht abgelesen werden kann.

2.1.2 Ergebnisse von isothermen Rekristallisationsversuchen

Als ersten Punkt untersuchten wir, ob sich die logarithmisch normale Korngrößenverteilung bereits in den Anfangsstadien der Rekristallisation vollständig ausbildet oder ob sie erst allmählich mit fortschreitender Rekristallisation entsteht, wie von *Schückher*⁽¹⁾ angenommen wurde, der die logarithmische Normalverteilung als Gleichgewichtsfall ansieht.

Für diese Versuche erhitzen wir eine 48% kaltgezogene Probe aus sauerstofffreiem (OF) Kupfer im PEEM und untersuchten ihren Rekristallisationsablauf bei 320°C. Die Ausgangskorngröße betrug 42 µm.

Bei unseren Korngrößenmessungen lag die Anzahl der Körner pro Gefügebildung bei 50 bis 60. Unterhalb eines Rekristallisationsgrades von 20% war die Anzahl der neu gebildeten Körner zu gering für die Aufstellung einer Korngrößenverteilung, so daß für den Beginn der Rekristallisation keine Ergebnisse wiedergegeben werden.

Wie aus Fig. 2 ersehen werden kann, ist die Korngrößenverteilung bereits in den Anfangsstadien der Rekristallisation logarithmisch normal.

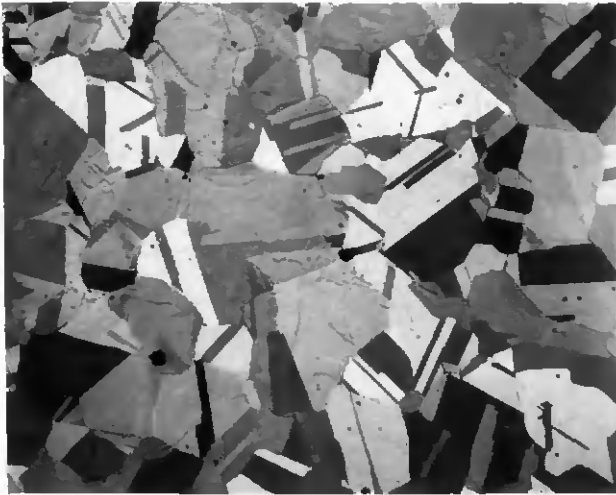


Fig. 1. OF-Cu specimen showing excellent orientation contrast for statistical grain size analysis. 500x

Fig. 1. Für die Korngrößenanalyse geeignete OF-Kupferprobe mit ausgezeichnetem Orientierungs-
kontrast. 500x

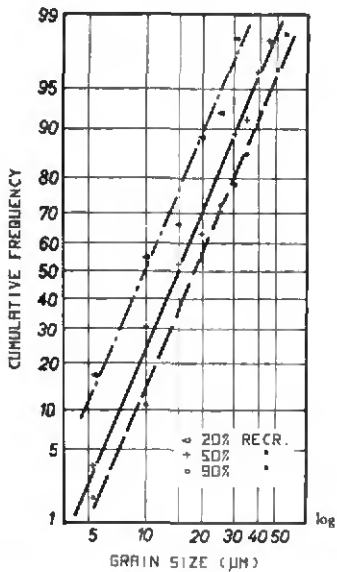


Fig. 2. Cumulative grain size distribution of the same OF-Cu specimen at 3 different stages during recrystallization at 320°C

Fig. 2. Summenhäufigkeitsverteilung der Korngrößen der OF-Kupferprobe von Fig. 1 nach drei verschiedenen Rekristallisationsgraden bei 320°C

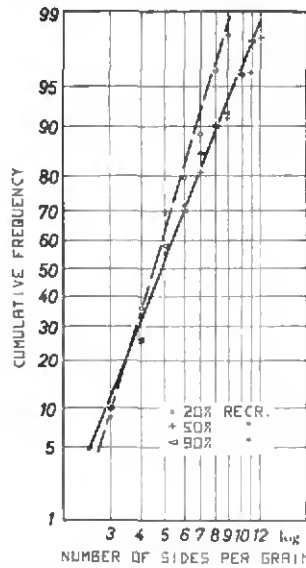


Fig. 3. Cumulative frequency of number of sides per grain during 3 different stages of recrystallization of OF-Cu at 320°C

Fig. 3. Summenhäufigkeitsverteilung der Anzahl der Korngrenzen nach drei verschiedenen Rekristallisationsgraden von OF-Cu bei 320°C

The second aspect of our analysis concerned the number of sides of one given grain. *Steele*¹²⁾ has shown that this is an appropriate parameter to describe the topological features of the grain structure.

The theoretical results of *Coxeter*¹³⁾ suggest that a grain tends toward a polyhedral shape possessing, on the average, 13.56 boundary faces, each having on the average, 5.12 sides. Similarly, *Feltham*⁵⁾, through an analysis of 1 000 grains in a cross-section of tin determined the most probable number of sides per grain (nearest neighbors in a section) to be about 5.

Our respective results obtained from the same micrographs as those analyzed in Fig. 2 are shown in Fig. 3. A log-normal distribution is also clearly evident for the nearest neighbor parameter. After 20% recrystallization the median of the number of sides per grain is 4.5; after 50% recrystallization it assumes the final value of 4.9. The increase during the first half of the recrystallization process illustrates that, initially, the newly formed grains are of relatively simple shape. Indeed, after 20% recrystallization no grain has more than 9 sides, whereas during the later stages a certain number of grains possess 12 sides.

2.2. Grain growth

Previous work done on the OF-Cu used here has shown that isothermal grain growth within the first 10 min starts only at temperatures above 700°C. Thus a large temperature domain exists¹³⁾ between the end of recrystallization (430°C for 48% previous coldwork) and the onset of grain growth in a reasonably short time.

2.2.1. Kinetics of isothermal grain growth

To illustrate the statistical aspects of grain growth we used again a OF-Cu sample previously drawn 48%. It was heated in the PEEM at 720°C, where pictures were taken after various intervals up to 75 min. A condensed sequence is shown in Fig. 4. The quantitative results are represented in Fig. 5. Even if one takes into account that cumulative frequency graphs have only significance between about 10% and 90%, one observes some deviation from the log-normal distribution, which becomes more pronounced as the time of annealing increases. This must, at least partly, be due to the fact that certain grains shrink while others grow at their expense. In

Als zweiten Untersuchungspunkt bestimmten wir die Anzahl der Kanten eines gegebenen Kornes. Nach *Steele*¹²⁾ handelt es sich hierbei um einen geeigneten Parameter zur Beschreibung der topologischen Eigenschaften eines Gefüges.

Die theoretischen Ergebnisse von *Coxeter*¹³⁾ führen zum Schluß, daß ein Korn eine polyedrische Form mit durchschnittlich 13,56 Grenzflächen mit durchschnittlich 5,12 Kanten anstrebt. *Feltham*⁵⁾ kam nach der Analyse von 1000 Körnern in einem Zinn-Anschliff ebenfalls zum Ergebnis, daß die wahrscheinlichste Anzahl von Kanten pro Korn (nächste Nachbarn in einem Schnitt) ungefähr 5 ist.

Unsere entsprechenden Ergebnisse, die aus den gleichen Gefügaufnahmen erhalten wurden, die in Fig. 2 analysiert sind, zeigt Fig. 3. Auch für den Parameter Anzahl der nächsten Nachbarn ist eine logarithmische Normalverteilung deutlich zu erkennen. Nach einer 20%igen Rekristallisation ist der Mittelwert für die Anzahl der Kornkanten 4,5; nach 50%iger Rekristallisation erreicht er den Endwert von 4,9. Die Zunahme der Kornkanten während der ersten Hälfte der Rekristallisation verdeutlicht, daß die zuerst neu gebildeten Körner eine relativ einfache Form haben. Tatsächlich sind nach 20%iger Rekristallisation keine Körner mit mehr als 9 Kanten vorhanden, während im weiteren Verlauf der Rekristallisation Körner mit 12 Kanten auftreten.

2.2. Kornwachstum

Frühere Untersuchungen des hier verwendeten OF-Kupfers haben gezeigt, daß isothermes Kornwachstum nur bei Temperaturen über 700°C bereits in den ersten 10 min beginnt. Somit besteht zwischen dem Abschluß der Rekristallisation (430°C bei 48% Kaltverformung) und dem Beginn des Kornwachstums ein großer Temperaturbereich, wenn man nur verhältnismäßig kurze Zeiten berücksichtigt.

2.2.1. Kinetik des isothermen Kornwachstums

Zur Darstellung der Größenverteilung beim Kornwachstum verwendeten wir wiederum eine 48% kaltgezogene OF-Kupfer-Probe. Sie wurde im PEEM auf 720°C aufgeheizt. Die Gefügaufnahmen wurden nach verschiedenen Glühdauern bis zu 75 min angefertigt. In Fig. 4 ist eine gekürzte Bildfolge wiedergegeben. In Fig. 5 sind die quantitativen Ergebnisse dargestellt. Selbst wenn man berücksichtigt, daß Summenhäufigkeitskurven nur im Bereich zwischen 10 und 90% zuverlässig sind, bemerkt man eine Abweichung von der logarithmischen Normalverteilung, die mit zunehmender Glühdauer ausgeprägter wird. Dies dürfte, zumindest teilweise, dadurch verursacht sein,



Fig. 4a. At the beginning: $d = 25 \mu\text{m}$

Fig. 4a. Beginn des Kornwachstums $d = 25 \mu\text{m}$



Fig. 4b. 6 min $d = 36 \mu\text{m}$



Fig. 4c. 14 min: $d = 45 \mu\text{m}$



Fig. 4d. 42 min $d = 45 \mu\text{m}$



Fig. 4b. 46 min. $d \approx 115 \mu\text{m}$

Fig. 4f. 71 min. $d \approx 200 \mu\text{m}$

Figs. 4a to l. Sequence of grain growth of a OF-Cu specimen at 720°C. 500 ×

Fig. 4a bis l. Ablauf des Kornwachstums einer OF-Cu Probe bei 720°C. 500 ×

other words, both large and small grains are „produced“ during grain growth.

The median value of the grain size distribution at each annealing time can readily be obtained from Fig. 5 and then be plotted against time. This has been done in Fig. 6 where, in addition, the arithmetic and the logarithmic mean values are shown. The 3 curves illustrate the same general trend, the arithmetic mean being the intermediate value between the three. From Fig. 6 one notes also that grain growth proceeds in two stages, whereby most of the grains during the first will be eliminated during the second stage.

The continuous observation of the grain structure evolution of one and the same region in the PEEM permits a clear cut distinction between those grains that grow during grain growth and those that diminish in size. This merely requires the numbering of all grains at the beginning and to follow their change on successive photos. Figures 7 a and b illustrate these 2 separate statistical distributions, which both follow again

daß einige Körner auf Kosten anderer stärker wachsen, während letztere schrumpfen. D.h., daß während des Kornwachstums sowohl große als auch kleine Körner „erzeugt“ werden.

Der Medianwert der Korngrößenverteilung kann für jede Glühzeit leicht aus Fig. 5 entnommen und dann gegen die Zeit aufgetragen werden. Dies wurde in Fig. 6 getan, wo zusätzlich noch die arithmetischen und logarithmischen Mittelwerte eingetragen sind. Die drei Kurven weisen den gleichen Verlauf auf, wobei sich die Kurve mit dem arithmetischen Wert zwischen den beiden anderen befindet. Aus Fig. 6 kann man außerdem entnehmen, daß das Kornwachstum in zwei Stufen abläuft. Die meisten der in der ersten Stufe gewachsenen Körner verschwinden in der zweiten Stufe wieder.

Durch die kontinuierliche Beobachtung der Gefügeänderungen von ein und demselben Bereich im PEEM ist es möglich, eindeutig zwischen Körnern zu unterscheiden, die während des Kornwachstums größer werden, und denjenigen, deren Größe abnimmt. Es ist nur erforderlich, die einzelnen Körner am Anfang zu nummerieren und ihre Änderungen auf den Bildserien zu verfolgen. Die Fig. 7 a und b

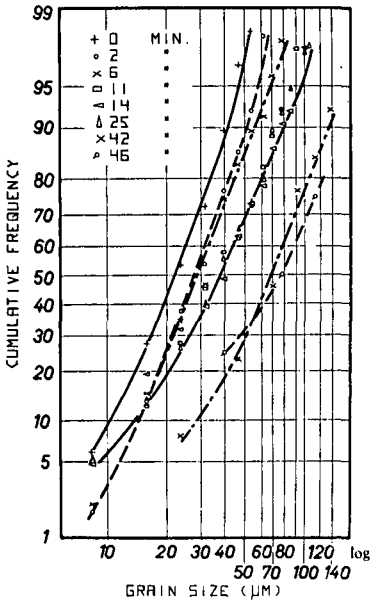


Fig. 5. Cumulative frequency distribution of an OF-Cu sample during grain growth at 720°

Fig. 5. Summenhäufigkeitsverteilung der Korngrößen einer OF-Cu Probe während des Kornwachstums bei 720°

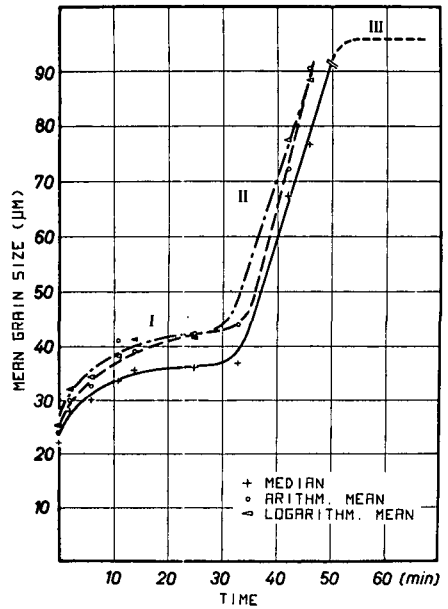


Fig. 6. Mean grain size values as a function of time at 720°C of the same specimen as in Fig. 5.

Fig. 6. Mittlere Korngröße als Funktion der Zeit bei 720°C, Probe von Fig. 5.

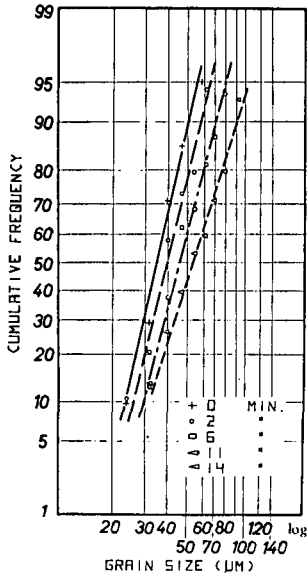


Fig. 7 a. Cumulative frequency of grains of increasing size during grain growth at 720°C for 5 different times

Fig. 7 a. Summenhäufigkeit der Körner mit zunehmender Korngröße während des Kornwachstums bei 720°C für 5 verschiedene Zeiten.

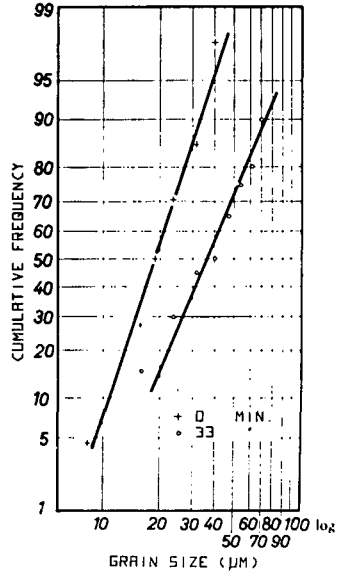


Fig. 7 b. Cumulative frequency of grains of decreasing size during grain growth at 720°C for 2 different times

Fig. 7 b. Summenhäufigkeit der Körner mit abnehmender Korngröße während des Kornwachstums bei 720°C für 2 verschiedene Zeiten

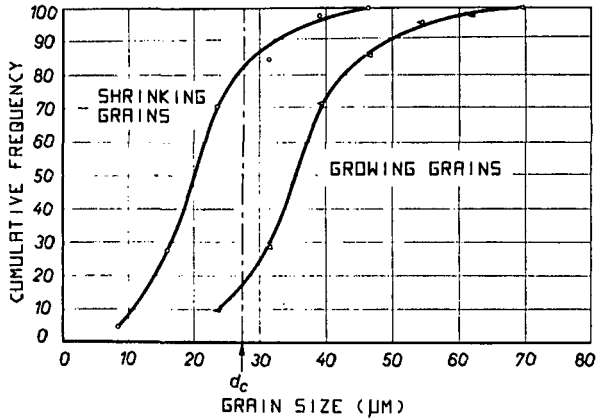


Fig. 8. Cumulative grain size distribution for shrinking grains, on one hand, and for growing grains, on the other hand, near the beginning of grain growth at 720°C ($d_c = m_{17gd}$)

Fig. 8. Summenhäufigkeit der Korngrößenverteilungen, getrennt aufgetragen für schrumpfende und wachsende Körner, in der Nähe des Beginns des Kornwachstums bei 720°C ($d_c = m_{17gd}$)

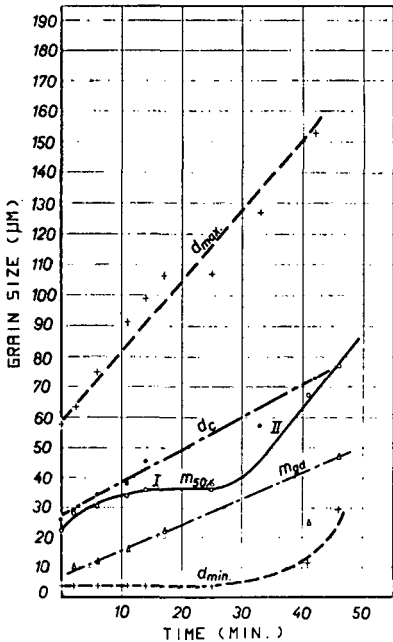


Fig. 9. Variation of significant statistical parameters as a function of time during grain growth at 720°C

d_{max} = max. grain size
 d_c = m_{17gd}
 $m_{50\%}$ = median value of total grain size distribution
 m_{gd} = median value of the grains having been eliminated during the immediately preceding time period
 d_{min} = min. grain size

Fig. 9. Abhängigkeit der signifikanten statistischen Parameter von der Zeit während des Kornwachstums bei 720°C

d_{max} = max. Korngröße
 d_c = m_{17gd}
 $m_{50\%}$ = Medianwert der gesamten Korngrößenverteilung
 m_{gd} = Medianwert der während des soeben abgelaufenen Zeitintervalls verschwundenen Körner
 d_{min} = min. Korngröße

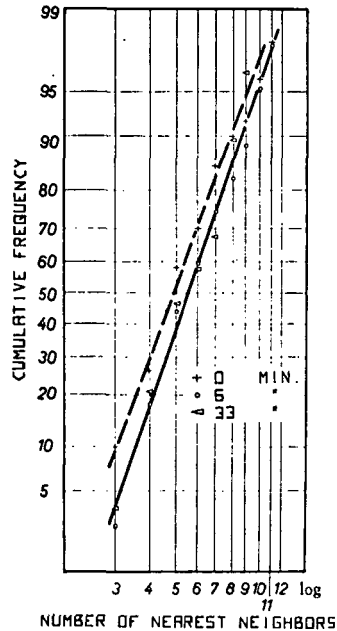


Fig. 10. Cumulative frequency of the number of nearest neighbours for 3 times at 720°C.

Fig. 10. Summenhäufigkeitsverteilung der Anzahl der nächsten Nachbarn für drei verschiedene Zeiten bei 720°C

a log-normal law. In Fig. 8 the cumulative frequencies of the growing and of the shrinking grains near the beginning of grain growth at 720°C are plotted against the linear grain size scale. From this graph one finds the corresponding statistical distribution curves by locating that grain size for which the cumulated frequency of the growing grains X equals the (100%-X) cumulated frequency of the shrinking grains. This grain size, m_{17gd} , is 27.5 μm at a value for X of 17%. It indicates that size at which the probability of a larger grain to shrink is equal to that of a smaller grain to grow.

If instead, we select the medium of the frequency distribution of the growing grain, m_{50gd} , as the limiting size, then we observe from Fig. 8 that only about 5% of the shrinking grains will have a diameter exceeding this limiting value.

When plotting the results of Figs. 7 and 8 against time one obtains Fig. 9. The ratio between the maximum, d_{max} , and the limiting value, m_{50gd} or m_{17gd} can then be computed to be

$$\frac{d_{max}}{m_{50gd}} = 1.74 \text{ to/bis } 1.5$$

$$\frac{d_{max}}{m_{17gd}} = 2.26 \text{ to/bis } 2.14$$

These two values are found to be only little dependent on time, as has already been suggested by *Feltham*⁵⁾ and *Hillert*⁸⁾ on purely theoretical grounds. Their respective values between the maximum and the limiting grain size were calculated to be 2.5 and 1.7, respectively, which is in rather good agreement with our experimental results.

2.2.2. Kinetics of grain growth in terms of the nearest neighbor concept

Since during grain growth all strain-free grains are in mutual contact - during early recrystallization some new grains are isolated - we prefer to speak of the number of nearest neighbors rather than of the number of sides per grain.

This concept has a greater significance here than in recrystallization, since grain growth expresses

zeigen die beiden Verteilungen für die Körner mit zunehmender bzw. abnehmender Korngröße, die beide wiederum logarithmisch normalverteilt sind. In Fig. 8 sind die Summenhäufigkeiten der wachsenden und der schrumpfenden Körner in der Nähe des Kornwachstumsbeginns bei 720°C gegen die lineare Korngröße aufgetragen. Auf diesem Diagramm findet man den Schnittpunkt mit der entsprechenden Korngrößenverteilung so, daß man die Korngröße sucht, für die die Summenhäufigkeit der wachsenden Körner X gleich der Summenhäufigkeit (100%-X) der schrumpfenden Körner ist. Diese Korngröße, m_{17gd} , beträgt 27,5 μm für einen Wert von X = 17%. Dieser Wert stellt die Korngröße dar, bei der die Wahrscheinlichkeit, daß ein größeres Korn schrumpft, gleich groß ist wie die Wahrscheinlichkeit, daß ein kleineres Korn wächst.

Nehmen wir statt dessen den Mittelwert der Häufigkeitsverteilung der wachsenden Körner, m_{50gd} , als Grenzgröße, so ersehen wir aus Fig. 8, daß nur ungefähr 5% der schrumpfenden Körner einen diesen Grenzwert überschreitenden Durchmesser haben.

Bei einer Auftragung der Ergebnisse von Fig. 7 und 8 gegen die Zeit erhalten wir Fig. 9. Das Verhältnis zwischen dem Maximum, d_{max} , und dem Grenzwert, m_{50gd} oder m_{17gd} , kann damit berechnet werden:

Diese beiden Werte sind nur geringfügig zeitabhängig, wie bereits von *Feltham*⁵⁾ und *Hillert*⁸⁾ aus rein theoretischen Überlegungen angenommen wurde. Ihre Werte für das Verhältnis von Maximum zu Grenzgröße betragen 2,5 bzw. 1,7, was verhältnismäßig gut mit unseren experimentellen Ergebnissen übereinstimmt.

2.2.2. Beschreibung des Kornwachstums mit Hilfe der Anzahl der nächsten Nachbarn

Da sich während des Kornwachstums alle spannungsfreien Körner gegenseitig berühren - während der frühen Rekrystallisationsstadien können neu gebildete Körner isoliert sein - möchten wir lieber von der Anzahl der nächsten Nachbarn als von der Anzahl der Kornkanten sprechen.

Diese Untersuchungsmethode hat hier eine größere Bedeutung als bei der Rekrystallisation, da während

the topological adjustment of the grain structure in order to first reach local and subsequently global equilibrium.

We selected 3 periods of growth at 720°C, namely at the beginning ($t \approx 0$ min), after 6 and after 33 min. The results are presented in Fig. 10. The last formed grain structure exhibits the largest dispersion, presumably because it has the lowest number of grains.

The median between the nearest neighbors varies between 4.95 and 5.5, which is only slightly higher than the corresponding values obtained during recrystallization. This clearly suggests that the most probable value for the number of nearest neighbors of a grain in a given micrograph is virtually independent of the grain size. This is also evident from Table 1:

Grain diameter [μm] (mean value on a given micrograph) Korndurchmesser [μm] (Mittelwert auf einer gegebenen Gefügeaufnahme)	No. of nearest neighbors (median value on a given micrograph) Anzahl der nächsten Nachbarn (Medianwert auf einer gegebenen Gefügeaufnahme)
9.9	
15.0	4.5-5
18.3	
25	
36	4.95-5.5
75	
100	

Instead of determining the statistical distributions of a series of micrographs and then comparing the mean or median values - as has been done in plotting Fig. 10 and in composing Table 1 -, we may also examine on a single micrograph, if there exists a relationship between grain size and number of nearest neighbors. For this purpose we annealed an OF-Cu sample for 2 h at 720°C, and measured the projections of each grain. Then we formed grain size classes and determined the mean value of the number of nearest neighbors in each class.

To complete our topological information, we counted at the same time the mean value for the number of coherent interfaces (annealing twins) in each class.

des Kornwachstums die topologische Umordnung des Gefüges erfolgt, die zunächst zu einer örtlich begrenzten und schließlich zur allgemeinen Gleichgewichtseinstellung führt.

Wir untersuchten das Kornwachstum bei 720°C nach drei Glühdauern, nämlich zu Beginn ($t \approx 0$ min), nach 6 und nach 33 min. Die Ergebnisse sind in Fig. 10 dargestellt. Das zuletzt gebildete Gefüge weist die größte Streuung auf, was wahrscheinlich darauf beruht, daß hier die geringste Anzahl Körner vorliegt.

Der Medianwert für die Anzahl der nächsten Nachbarn schwankt zwischen 4,95 und 5,5 und liegt somit nur leicht über den entsprechenden Werten bei der Rekristallisation. Daraus läßt sich ableiten, daß der wahrscheinlichste Wert für die Anzahl der nächsten Nachbarn eines Kornes in einer gegebenen Gefügeaufnahme praktisch unabhängig von der Korngröße ist. Dies geht ebenfalls aus Tabelle 1 hervor.

Table 1. Median values for the number of nearest neighbors as a function of grain size

Tabelle 1. Medianwerte für die Anzahl der nächsten Nachbarn als Funktion der Korngröße

Anstatt die Häufigkeitsverteilungen auf einer Bildserie zu ermitteln und dann die mittleren oder Medianwerte zu vergleichen, wie es bei der Darstellung von Fig. 10 und der Zusammenstellung von Tabelle 1 geschehen ist, können wir auch einer einzigen Gefügeaufnahme entnehmen, ob ein Zusammenhang zwischen der Korngröße und der Anzahl der nächsten Nachbarn besteht. Für diesen Versuch glühten wir eine OF-Kupferprobe 2 h bei 720°C. Anschließend wurden die Projektionen von allen Körnern gemessen. Die Werte ordneten wir in Korngrößenklassen und bestimmten den Mittelwert der Anzahl der nächsten Nachbarn für jede Größenklasse.

Zur Vervollständigung unserer topologischen Meßwerte bestimmten wir gleichzeitig den Mittelwert

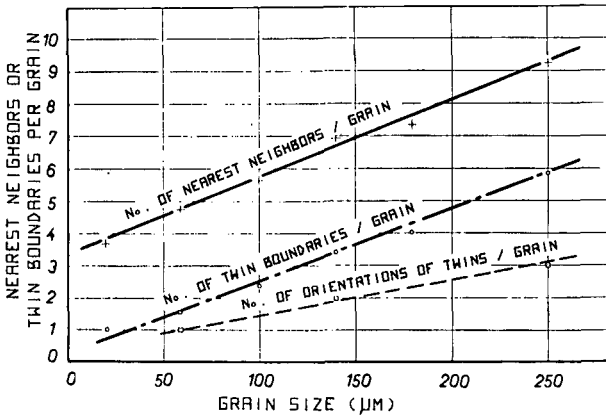


Fig. 11. Grain size dependency of the number of nearest neighbours and of coherent twin boundaries in a single micrograph in a specimen annealed for 2 h at 720°C

Fig. 11. Abhängigkeit der Anzahl der nächsten Nachbarn und der kohärenten Zwillingskorngrenzen von der Korngröße in einer einzigen Gefügeaufnahme einer 2 h bei 720°C geglühten Probe

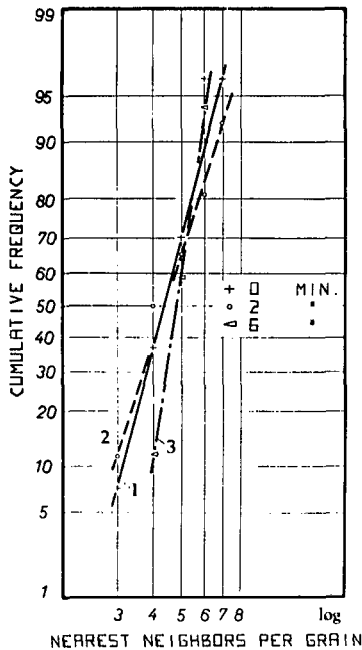


Fig. 12. Cumulative frequency of nearest neighbours of shrinking grains during grain growth for 3 different times at 720°C

Fig. 12. Summenhäufigkeitsverteilung der Anzahl der nächsten Nachbarn für schrumpfende Körner während des Kornwachstums für drei verschiedene Zeiten bei 720°C

The results obtained in this fashion are shown in Fig. 11. We see that on a given micrograph the small grains have less sides and less twins than the large ones.

The linear relationship observed between number of nearest neighbors and grain size has already been proposed by *Feltham*⁵⁾. It is interesting to observe

der Anzahl der kohärenten Grenzflächen (Glühzwillinge) für jede Klasse.

Die hierbei erhaltenen Ergebnisse sind in Fig. 11 wiedergegeben. Wir können sehen, daß auf einem gegebenen Gefügebild die kleineren Körner weniger Zwillinge aufweisen als die größeren.

Die lineare Abhängigkeit zwischen der Anzahl der nächsten Nachbarn und der Korngröße wurde bereits von *Feltham*⁵⁾ gefunden. Außerdem ist interessant, daß auch zwischen der Anzahl der kohärenten Zwillingsgrenzen pro Korn und der Korngröße eine lineare Beziehung besteht. Während der mittleren oder Medianwert der Anzahl der nächsten Nachbarn bei einer Auswertung von 60 Körnern und mehr in einem Schnitt von der mittleren Korngröße dieses Schnittes unabhängig ist, so steht diese Anzahl in einem linearen Zusammenhang zur Korngröße, wenn

that there is also a linear relationship between the number of coherent twin interfaces per grain and grain size. Thus, whereas the mean or median value of the number of nearest neighbors, when computed over 60 or more grains in a cross-section, is independent on the mean grain size of that section, this number varies in a linear fashion with grain size, when comparing the grains in one single cross-section with one another.

The important aspect to recognize, however, is that the number of nearest neighbors of a grain of a given size is not a constant, but depends on the size of the other grains in equilibrium with it in a given section. A grain of, say 50 μm , in a coarse grained structure may have 3 nearest neighbors, whereas in a fine-grained structure such a grain may have 8 nearest neighbors. What remains invariant, when comparing one section with another, is the mean or median value of the number of nearest neighbors, computed for all the grains analyzed in a given section.

2.2.3. Critical topological values during grain growth

In analogy with the concept of a critical grain size separating the growing from the shrinking grain during grain growth, we examined also whether or not such a critical value existed for the number of nearest neighbors. In Fig. 12 we have plotted this parameter for the shrinking grains at 3 early stages of grain growth. We note that for about 90% of the shrinking grains the number of nearest neighbors lies between 3 and 6. After 33 min none of the grains has 3 or 4 sides, the majority having 6 or 7 neighbors. Along the same line Hillert⁸⁾ proposed that the fundamental process in grain growth seems to be the shrinking of grains with less than 6 neighbors, rather than the growth of grains with more than 6 neighbors.

Our results confirm, indeed, that 6 is the number of nearest neighbors that separates the growing from the shrinking grains, and that this number appears to be rather constant during normal grain growth.

(Paper is continued in the february issue).

References/Literatur

- 1) F. SCHÜCKHER, in „Quantitative Microscopy“, edited by R.T. De Hoff, F.N. Rhines, McGraw-Hill Book Co., N.Y. (1968) 201
- 2) M. SCHWEIZER, W. FORM, J. Inst. Met. 101 (1973) 24
- 3) G. GINDRAUX, W. FORM, J. Inst. Met. 101 (1973) 85
- 4) H. ABRAMS, in „Stereology and Quantitative Metallography“, ASTM STP 504 (1972) 138
- 5) P. FELTHAM, Acta Met. 5 (1957) 97
- 6) K. DETERT, in „Recrystallization of Metallic Materials“, edited by F. Haessner, Dr. Riederer Verlag GmbH, Stuttgart, (1970) 109
- 7) H.E. EXNER, Int. Met. Rev. 159, 17 (1972) 111

die Körner eines einzigen Schnittes untereinander verglichen werden.

Die wichtigste Erkenntnis unserer Untersuchungen ist jedoch, daß die Anzahl der nächsten Nachbarn für ein Korn von gegebener Größe keine Konstante ist, sondern von der Größe der anderen Körner, die mit diesem Korn in dem gegebenen Schnitt im Gleichgewicht stehen, abhängt. Ein Korn mit einer Korngröße von angenommen 50 μm wird in einem grobkörnigen Gefüge wahrscheinlich 3 nächste Nachbarn haben, während es in einem feinkörnigen Gefüge wahrscheinlich 8 nächste Nachbarn hat. Unbeeinflusst bleibt dagegen bei einem Vergleich verschiedener Schnitte miteinander der mittlere oder Medianwert der Anzahl der nächsten Nachbarn, der für alle in einem gegebenen Schnitt ausgewerteten Körner berechnet wird.

2.2.3. Kritische topologische Werte während des Kornwachstums

Analog zu unserer Annahme, daß während des Kornwachstums eine kritische Korngröße besteht, die die wachsenden von den schrumpfenden Körnern trennt, wollten wir untersuchen, ob ein solcher kritischer Wert auch für die Anzahl der nächsten Nachbarn gilt. In Fig. 12 haben wir diesen Parameter für die schrumpfenden Körner in drei frühen Kornwachstumsstadien aufgetragen. Aus dem Diagramm geht hervor, daß bei ungefähr 90% der schrumpfenden Körner die Anzahl der nächsten Nachbarn zwischen 3 und 6 liegt. Nach einer Glühdauer von 33 min hat keines der Körner nur 3 oder 4 Kanten, die Mehrzahl weist 6 oder 7 nächste Nachbarn auf. Entsprechende Untersuchungen führten Hillert⁸⁾ zu der Annahme, daß der fundamentale Vorgang des Kornwachstums das Schrumpfen von Körnern mit weniger als 6 Nachbarn ist, und nicht das Wachsen von Körnern mit mehr als 6 Nachbarn.

Unsere Ergebnisse konnten wirklich bestätigen, daß 6 die Anzahl von nächsten Nachbarn ist, die die wachsenden von den schrumpfenden Körnern trennt, und daß diese Anzahl während des gesamten normalen Kornwachstums relativ konstant bleibt.

(Der Aufsatz wird im Februarheft fortgesetzt).

- 8) M. HILLERT, Acta Met. 13 (1965) 227
- 9) N.P. LOUAT, Acta Met. 22 (1974) 721
- 10) F. MONTARIOL, P. MAQUIER, C. BOUCHERON, Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie 67 (1970) 653
- 11) H.E. EXNER, in „Stereology and Quantitative Metallography“, ASTM STP 504 (1972) 95
- 12) J.H. STEELE, Jr., in „Stereology and Quantitative Metallography“, ASTM STP 504 (1972) 39
- 13) H.S.M. COXETER, Introduction to Geometry, 2nd ed., Wiley, New York (1969)

Statistical Aspects of the Recrystallization and Grain Growth Kinetics. Part 2*)

Statistische Betrachtung der Kinetik von Rekristallisation und Kornwachstum. Teil 2*)

PIERRE-ANDRE COMTE, WILLY FORM

(Institute of Structural Metallurgy, University of Neuchâtel, Switzerland)

3. Three-dimensional analysis

The second difficulty mentioned in the introduction concerns the question whether a two-dimensional grain structure analysis — as is commonly made — can be considered to be indicative for the three-dimensional aspect of the grains.

In order to throw light on this question we measured the grain size distribution in an arbitrary cross-section and determined subsequently the maximum size of each of the grains, by following its variation through a series of neighboring layers.

3.1. Method of analysis

Figure 13 illustrates schematically the thickness of successive layers (= distance between neighboring sections analyzed) in relation to the grain size. This thickness has been selected to be

$$c = \frac{d_{2x}}{10}$$

where d_{2x} is the average grain size in a planar section, calculated from the measured horizontal and vertical projections. Each section was photographed in the optical microscope and each grain was numbered, so that its variation with depth could be unambiguously followed.

We selected 3 OF-Cu samples previously recrystallized and coarsened to average grain sizes of 50, 120 and 250 μm , respectively. With the first specimen we analyzed 5 sections, with the other two samples 10 sections each.

3. Dreidimensionale Analyse

Die zweite der bereits in der Einleitung genannten Schwierigkeiten ergibt sich aus der Frage, ob eine zweidimensionale Korngrößenanalyse — wie sie im allgemeinen durchgeführt wird — auch für die dreidimensionale Kornanordnung zutreffende Werte liefert.

Um in dieser Frage Klarheit zu schaffen, bestimmten wir die Korngrößenverteilung in einem beliebigen Querschnitt und verfolgten anschließend die Änderung der Maximalgröße eines jeden Kornes durch die Auswertung einer Serie von benachbarten Schnitten.

3.1. Untersuchungsverfahren

In Fig. 13 ist die Dicke der benachbarten Schichten (= Abstand zwischen den ausgemessenen benachbarten Schnitten) schematisch und im Verhältnis zur Korngröße dargestellt. Die Dicke c wurde so gewählt, daß

$$c = \frac{d_{2x}}{10}$$

wobei d_{2x} die mittlere Korngröße im planen Anschliff ist, die aus den gemessenen horizontalen und vertikalen Projektionen berechnet wurde. Von jedem Schnitt wurde mit einem Lichtmikroskop eine Aufnahme angefertigt, auf der jedes Korn numeriert wurde, so daß seine Größenänderungen in den verschiedenen Tiefen eindeutig verfolgt werden konnten.

Für die Untersuchungen verwendeten wir drei OF-Cu-Proben, die bereits rekristallisiert und zu Korngrößen von 50, 120 bzw. 250 μm grobgeglüht worden waren. Bei der ersten Probe untersuchten wir 5 Schnitte, bei den beiden anderen je 10 Schnitte.

*) First part of this article in PRACTICAL METALLOGRAPHY 13 (1976) pp. 9/22

*) Der erste Teil dieses Artikels wurde in PRAKTISCHE METALLOGRAPHIE 13 (1976) 9/22 veröffentlicht.

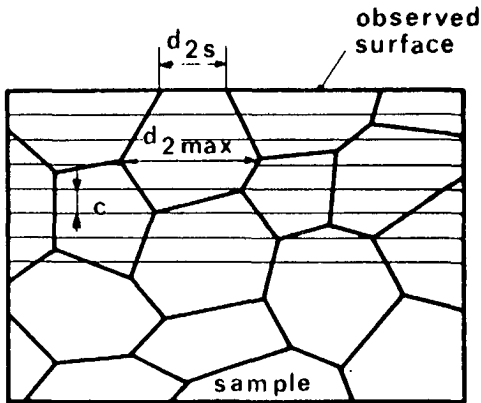
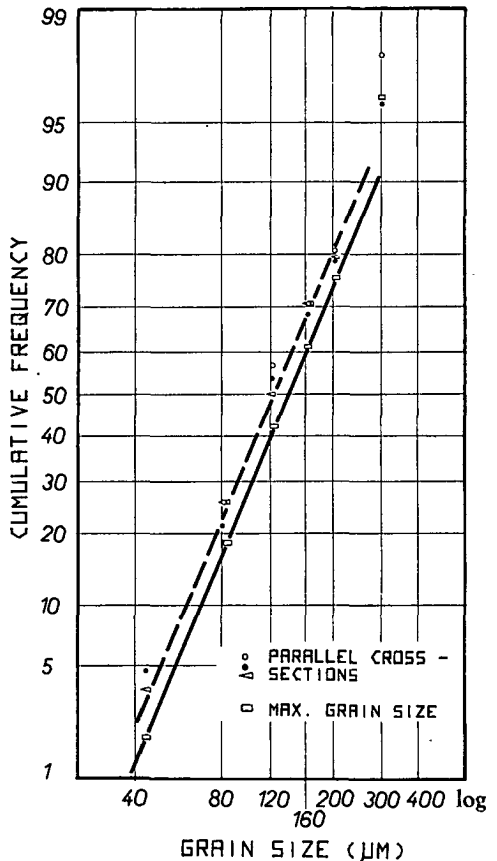


Fig. 13. Details of the sectional analysis for the three-dimensional evaluation of the grain structure

Fig. 13. Schematische Darstellung der Analyse benachbarter Schnitte für die dreidimensionale Auswertung der Kornstruktur

Fig. 14. Cumulative grain size distribution of three parallel cross-sections and of the maximum grain size of each grain analyzed

Fig. 14. Summenhäufigkeitsverteilung der Korngrößen in drei parallelen Schnitten und der maximalen Korngröße von jedem untersuchten Korn



3.2. Results

The cumulative frequency distributions for the sample having an average grain size of 120 μm in the first cross-section is shown in Fig. 14. Table 2 summarizes the results obtained on the 3 samples analyzed.

The correction factors f_{c_m} and f_{c_n} represent the factors with which the mean and median value, respectively, of the grain size distribution, determined from an arbitrary cross-section, have to be multiplied to yield the mean value of the maximum size distribution of the grains analyzed. It must be pointed out that the maximum size of a given grain did not necessarily lie in one of the 10 cross-sections analyzed, but more likely in between two neighboring cross-sections. Therefore, we have corrected

3.2. Ergebnisse

In Fig. 14 ist die Summenhäufigkeitsverteilung für die Probe mit einer Durchschnittskorngröße von 120 μm im ersten Querschnitt wiedergegeben. In Tabelle 2 sind die Ergebnisse für die drei untersuchten Proben zusammengestellt.

Die Korrekturfaktoren f_{c_m} und f_{c_n} geben die Faktoren an, mit denen die Mittel- bzw. Medianwerte, welche aus einem beliebigen Querschnitt erhalten wurden, multipliziert werden müssen, damit sich der Mittelwert der Maximalgrößenverteilung für die gemessenen Körner ergibt. Es muß darauf hingewiesen werden, daß die Maximalgröße eines gegebenen Kornes nicht notwendigerweise auf einem der zehn untersuchten Querschnitte liegen muß, sondern mit größerer Wahrscheinlichkeit zwi-

Table 2. Statistical grain size distributions at various depths

Tabelle 2. Statistische Korngrößenverteilung bei verschiedenen parallelen Schnittlagen

Sample Probe	Median [μm] Medianwert [μm]		Arithmetic means [μm] arithmetischer Mittelwert [μm]			
	d_{2s} , average value for 10 cross- sections d_{2s} , Durch- schnittswert für 10 Schnitte	d_{smax}	$\frac{d_{smax}}{d_{2s}}$ $= f_{cm}$	d_{2s} , average value for 10 cross- sections d_{2s} , Durch- schnittswert für 10 Schnitte	d_{smax}	$\frac{d_{smax}}{d_{2s}}$ $= f_{co}$
1) $\bar{d} = 5$ cross- sections (5 Schnitte) $c = 10 \mu\text{m}$	—	—	—	55.5	63	1.14
2) $\bar{d} = 120$ 10 cross-sections (10 Schnitte) $c = 15 \mu\text{m}$	121	139.4	1.16	137.2	158	1.15
3) $\bar{d} = 250$ 10 cross-sections (10 Schnitte) $c = 25 \mu\text{m}$	256	301	1.18	331.8	392	1.18

the d_{smax}/d_{2s} values given in Table 2 by interpolating the results obtained for each grain throughout all the sections analyzed.

In this way, the maximum value for f_{cm} amounted to 1.21. This result must be considered to be an upper bound value, suggesting that

$$1.16 < f_{cm} < 1.21$$

*Braun*¹⁴⁾¹⁵⁾ and *Scheil*¹⁶⁾ on the basis of their theoretical considerations obtained a f_{cm} value of 1.16 and 1.29, respectively. The rather good correspondance between these and our experimental values is all the more astonishing as *Braun's* method gives individual values for d_{smax} and d_{2s} which are far higher than those measured by us. Thus, the ratio of these two diameters is less method-dependent than the individual results themselves and lies around 1.2.

It must be emphasized that this value for f_{cm} — which is, by the way, little dependent on

schen zwei benachbarten Schnitten liegt. Wir haben deshalb die in Tabelle 2 angegebenen Werte für d_{smax}/d_{2s} durch Interpolation von allen Werten, die wir für jedes Korn auf allen untersuchten Schnitten erhalten haben, korrigiert.

Dadurch vergrößerte sich der Höchstwert für f_{cm} auf 1,21. Dieser Wert muß als oberster Grenzwert angesehen werden, so daß

*Braun*¹⁴⁾¹⁵⁾ und *Scheil*¹⁶⁾ erhielten auf Grund ihrer theoretischen Überlegungen einen Wert für f_{cm} von 1,16 bzw. 1,29. Diese verhältnismäßig gute Übereinstimmung von diesen und unseren Werten ist umso erstaunlicher, als *Braun* Einzelwerte für d_{smax} und d_{2s} angibt, die weit über unseren gemessenen Werten liegen. Somit ist das Verhältnis dieser beiden Parameter weniger verfahrensabhängig als die einzelnen Ergebnisse selbst und liegt in der Größenordnung von 1,2.

Dieser Wert für f_{cm} — der, nebenbei bemerkt, nur geringfügig korngrößenabhängig ist —

grain size — applies only to annealed and not to heavily deformed structures. In the latter case the value for $f_{c,m}$ must obviously be smaller and close to 1.0.

4. Discussion

So far, quantitative structural analysis has preoccupied a small number of metallurgists only, presumably because the effort involved in it is rather large. Those who have attempted to contribute to a detailed quantification of the grain structure did so mostly on the basis of limited experimental results, being complemented by a considerable amount of theory and mathematics.

The photoemission electron microscope provides us with a rather powerful tool not only to verify by experiment the results obtained by others through theoretical reasoning, but also — which is even more important — to apply a thorough quantitative treatment to a newly evolving structure by continuous observation. Thus we analyzed the variation of both morphological and topological features of the grain structure during recrystallization and grain growth, which type of analyses had never been done before.

In this fashion we could check on the type of statistical distribution law to which the grain size is subject at any stage, during its formation and its coarsening. We found this distribution to be invariably log-normal. Furthermore the cumulative frequency curves are merely shifted parallel to themselves to larger grain sizes as annealing progresses.

We have also shown that the median of the number of nearest neighbors to a newly formed grain attains rapidly the value of about 5, independent of the mean grain size and in good agreement with the value of 5.12 proposed by *Coxeter* on purely theoretical grounds. The fact that this value is also maintained during grain growth underlines the importance of the local equilibrium concept throughout the entire annealing stage.

trifft nur für geglähte und nicht für stark verformte Gefüge zu. Für verformte Gefüge muß der $f_{c,m}$ -Wert naturgemäß kleiner und nahe bei 1,0 sein.

4. Diskussion

Die quantitative Gefügeanalyse wurde bis jetzt nur von einer geringen Zahl von Metallkundlern regelmäßig angewendet, was wahrscheinlich daran liegt, daß das Verfahren relativ aufwendig ist. Die Autoren, die zu einer detaillierten quantitativen Beschreibung des Korngefüges beitragen wollten, taten dies meist auf Grund einer sehr begrenzten Anzahl experimenteller Ergebnisse, die durch einen hohen Anteil Theorie und Mathematik ergänzt wurden.

Durch das Photoemissionselektronenmikroskop wird uns ein ausgezeichnetes Hilfsmittel dafür gegeben, nicht nur die theoretischen Schlußfolgerungen anderer Autoren durch experimentelle Ergebnisse zu bestätigen, sondern auch — was vielleicht noch wichtiger ist — ein sich neu bildendes Gefüge durch ununterbrochene Beobachtung einer gründlichen quantitativen Auswertung zu unterziehen. So konnten wir sowohl die morphologischen als auch die topologischen Gefügemerkmale im Verlaufe der Rekristallisation und des Kornwachstums untersuchen, eine Art der Analyse, die erstmalig durchgeführt wurde.

Auf diese Weise konnten wir die Art der Korngrößenverteilung, welcher die Korngröße in allen Stadien, während der Korneubildung und während der Kornvergrößerung, unterliegt, feststellen. Diese Verteilung entsprach in allen Fällen einer logarithmischen Normalverteilung. Die Summenhäufigkeitskurven werden im Verlauf des Glühvorganges nur zu größeren Korngrößen parallel verschoben.

Wir konnten außerdem feststellen, daß der Medianwert für die Anzahl der nächsten Nachbarn eines neu gebildeten Kornes sehr schnell einen Wert von ungefähr 5 annimmt, was unabhängig von der mittleren Korngröße und in guter Übereinstimmung mit dem von *Coxeter* auf grund theoretischer Betrachtungen gefundenen Wert von 5,12 ist. Die Tatsache, daß dieser Wert während des Kornwachstums gleich bleibt, unterstreicht die Richtigkeit der Annahme, daß während des gesamten Glühvorganges die Einstellung eines örtlichen Gleichgewichtes angestrebt wird.

Our results confirm also *Hillert's* theoretical result that grains possessing less than 6 nearest neighbors tend to be eliminated during grain growth. Another interesting experimental result concerns the variation of the mean value of that grain size, beyond which grains coarsen and below which they shrink in the grain growth stage. Again, our detailed analysis yielded results which lie near those advanced by others on theoretical grounds.

One may ask now what advantages the statistical treatment provides over the deterministic approach, in view of the considerable effort involved.

To be sure, if one merely wants to know an average grain size value, one would not bother with a statistical analysis, but most likely employ the simple and rapid line intercept method to do so. If, on the other hand, one wants to correlate structure with behavior, one often has to take into account the inhomogeneity of the material. In such problems average values alone mean strictly nothing. This applies to those phenomena which are not controlled by global but by local behavioural values, such as is the case in fracture initiation and propagation, behavior around all kinds of stress raisers, or in processes such as finish machining, where the volume under stress at any given time is usually of the same order of magnitude as the grain size. It should be obvious that a statistical behavior of a material requires a statistical analysis of its structure, if the relationship between cause and effect is to be found.

In the present case we studied the evolution of a strain free structure from a deformed matrix. This is a statistical process in itself characterized by a log-normal distribution of all parameters analyzed at any time and temperature. The cumulative frequency presentation thus permits us to obtain readily not only the median value but also the dispersion of any of the features from the slope of the straight line in question.

Unsere Ergebnisse bestätigen außerdem auch die theoretischen Überlegungen von *Hillert*, daß Körner mit weniger als 6 nächsten Nachbarn während des Kornwachstums mit größerer Wahrscheinlichkeit verschwinden. Ein anderes interessantes experimentelles Ergebnis ist die Änderung des Mittelwertes jener Korngröße, oberhalb welcher Kornvergrößerung und unterhalb welcher Kornschumpfung während des Kornwachstumsstadiums eintritt. Hier lagen wiederum unsere auf Grund detaillierter Analysen gefundenen Werte dicht bei den theoretisch ermittelten Ergebnissen.

Man kann sich nun fragen, welche Vorteile die statistische Untersuchung gegenüber dem deterministischen Ansatz noch bietet, wenn man den beträchtlichen Aufwand berücksichtigt.

Sicherlich wird man sich nicht mit einer statistischen Analyse beschäftigen, wenn man nur einen durchschnittlichen Korngrößenwert ermitteln möchte, sondern man wird wahrscheinlich hierfür das einfache und schnelle Linienschnittverfahren anwenden. Will man jedoch andererseits das Verhalten eines Werkstückes auf das Gefüge zurückführen, muß man oft Inhomogenitäten des Werkstoffes berücksichtigen. Bei solchen Fragestellungen helfen Durchschnittswerte allein überhaupt nicht. Dies trifft für die Phänomene zu, die nicht durch summäre, sondern durch lokale Eigenschaftswerte kontrolliert werden, wie dies bei Brucheinleitung und Bruchfortpflanzung, dem Verhalten in der Nähe von allen möglichen Spannungsspitzen oder bei der Bearbeitung, wie z.B. der Feinzerspannung, zutrifft, wo das unter Spannung stehende Volumen zu jeder gegebenen Zeit ungefähr der Größenordnung der Korngröße entspricht. Ein statistisches Verhalten eines Werkstoffes erfordert naturgemäß eine statistische Gefügeanalyse, wenn der Zusammenhang zwischen Ursache und Wirkung gefunden werden soll.

In der vorliegenden Arbeit untersuchten wir die Neubildung eines spannungsfreien Gefüges aus einer verformten Matrix. Hierbei handelt es sich schon an sich um einen statistischen Vorgang, der durch eine logarithmische Normalverteilung aller seiner Parameter zu jeder beliebigen Zeit und bei jeder beliebigen Temperatur charakterisiert wird. Bei einer Darstellung in Summenhäufigkeitskurven kann nicht nur der Medianwert sofort abgelesen,

From such results we can get a realistic picture, i.e. all the detailed information we wish to have on the kinetics of annealing, its geometry and also obtain precious hints as to the probable mechanism involved. All this requires, of course, that we are in a position to make continuous observations so as to be able to follow anyone grain through its entire evolution and to distinguish at any time the cold worked from the recrystallized and coarsened state. Provided we get a good orientation contrast, the PEEM enables us precisely to accomplish this.

5. Conclusions

We carried out a series of annealing treatments of cold drawn OF-Cu samples in the photoemission electron microscope. Using known statistical methods, preferably the cumulative frequency distribution representation, we verified by experiment the log-normal distribution of all the parameters analyzed, at anyone time and temperature.

We notably confirmed by continuous observations in the PEEM the following results obtained by others on theoretical grounds:

- i) The median of the number of nearest neighbors to a given grain in any given grain structure is about 5. This also holds for the new grains in a partially recrystallized structure.
- ii) During grain growth the ratio between the maximum and that critical grain size below which the grains shrink and above which they coarsen varies between 1.7 and 1.5 if one takes the median values of the respective grain size distributions, and between 2.3 and 2.1, if one takes as the critical grain size that value at which the probability of a larger grain to shrink is equal to that of a smaller grain to grow.

sondern auch die Streuung eines jeden Parameters aus der Neigung der entsprechenden Geraden bestimmt werden.

Aus diesen Ergebnissen können wir ein wirklichkeitstreuendes Bild erhalten, d.h. alle detaillierten Auskünfte, die wir für die Bestimmung der Glühkinetik und ihrer Geometrie brauchen. Außerdem ergeben sich wertvolle Hinweise über die wahrscheinlich wirksamen Mechanismen. Hierfür ist es natürlich erforderlich, daß wir in der Lage sind, die Beobachtung kontinuierlich durchzuführen, damit jedes Korn während seiner gesamten Neubildung verfolgt werden kann und für jeden beliebigen Zeitpunkt der verformte gegen den rekristallisierten und Kornwachstumsbereich abgegrenzt werden kann. Wenn sich ein guter Orientierungskontrast einstellen läßt, ist das PEEM gerade hierfür genau das richtige Hilfsmittel.

5. Schlußfolgerungen

Wir haben eine Reihe von Glühversuchen an kaltgezogenen OF-Kupferproben im Photoemissionselektronenmikroskop durchgeführt. Wir verwendeten bekannte statistische Verfahren, vor allem die Darstellung der Summenhäufigkeitsverteilung, und konnten damit experimentell die logarithmische Normalverteilung aller untersuchten Parameter zu jeder beliebigen Zeit und Temperatur nachweisen.

So konnten wir z.B. durch kontinuierliche Beobachtung im PEEM die folgenden Ergebnisse, die bereits von anderen Autoren vor allem auf Grund theoretischer Überlegungen ermittelt worden waren, bestätigen:

- i) Der Medianwert der Anzahl der nächsten Nachbarn eines Kornes in einem gegebenen Gefüge ist ungefähr 5. Dies gilt auch für neugebildete Körner in einem teilweise rekristallisierten Gefüge.
- ii) Während des Kornwachstums liegt das Verhältnis von Maximal Korngröße zu der kritischen Korngröße, unterhalb der die Körner schrumpfen und über der sie wachsen, zwischen 1,7 und 1,5, wenn man die Medianwerte der jeweiligen Korngrößenverteilung verwendet, und zwischen 2,3 und 2,1, wenn man als kritische Korngröße den Wert annimmt, für den die Wahrscheinlichkeit, daß ein größeres Korn schrumpft, gleich groß ist wie die, daß ein kleineres Korn wächst.

iii) On a statistical basis grains possessing more than 6 neighbors coarsen during grain growth, those with less than 6 neighbors shrink.

These and other results obtained clearly demonstrate the power of the PEEM to permit a detailed quantitative analysis of structural changes by continuous observation.

Summary

The evolution of a new strain-free structure during recrystallization and grain growth of copper was continuously observed in the photoemission electron microscope. The quantitative analysis was made on a statistical basis so that the distribution of grain size and topological parameters could be assessed as a function of time. The type of statistical distribution, limiting size between growing and shrinking grains during grain growth, and three-dimensional aspects of the grain structure were analyzed.

Comparison between our experimental results and those of others determined on predominantly theoretical grounds showed in some cases a fairly good agreement between the values obtained from theory and those actually measured, despite the strongly simplifying assumptions implicit in the theoretical approach

Acknowledgements

The authors wish to acknowledge the financial support of the Swiss Foundation for Scientific Research, which made this study possible.

This paper is based on part of a thesis submitted by P.-A. Comte for the obtention of the degree of doctor of science from the University of Neuchâtel.

References/Literatur

- 14) P.-A. COMTE, G.W. FORM, *Metal Science Jnl.* (1975) 22.
- 15) A. BRAUN, *Rev. Met.* 52 (1955) 672.
- 16) A. BRAUN, *Pro Metal* 80 (1961) 466
- 17) E. SCHEIL, *Z. Metallkde.* 28 (1936) 340

Accepted: August 29, 1975
German translation: K. Exner

Authors' address/Anschrift der Verfasser:

Université de Neuchâtel, Institut de Métallurgie structurale, CH-2000 Neuchâtel, Avenue de Bellevaux 51

iii) Statistisch betrachtet vergrößern sich Körner mit mehr als 6 nächsten Nachbarn während des Kornwachstums, Körner mit weniger Nachbarn schrumpfen.

Diese Ergebnisse und noch weitere Resultate sind ein deutlicher Beweis für die Eignung des PEEM zur Durchführung einer detaillierten quantitativen Analyse der Gefügeänderungen durch kontinuierliche Beobachtung.

Zusammenfassung

Die Ausbildung eines neuen, spannungsfreien Gefüges während Rekristallisation und Kornwachstum in Kupfer wurde im Photoemissionselektronenmikroskop kontinuierlich beobachtet. Die quantitative Gefügeanalyse wurde nach statistischen Gesichtspunkten durchgeführt, so daß die Verteilungen der Korngrößen und der topologischen Parameter als Funktion der Zeit ausgewertet werden konnten. Die Art der Korngrößenverteilung, die Grenzkorngröße zwischen wachsenden und schrumpfenden Körnern und dreidimensionale Gefügeparameter wurden gemessen.

Ein Vergleich unserer experimentellen Ergebnisse mit den Werten, die von anderen Autoren vor allem auf Grund theoretischer Betrachtungen ermittelt wurden, ergab in einigen Fällen eine verhältnismäßig gute Übereinstimmung zwischen den theoretisch ermittelten und den tatsächlich gemessenen Werten, obwohl in den theoretischen Ansätzen stark vereinfachende Annahmen enthalten sind.

Danksagung

Die Autoren möchten für die finanzielle Unterstützung durch den Schweizerischen Nationalfonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung danken, welche diese Untersuchungen ermöglichte.

Dieser Artikel hat zum Teil die Dissertation zur Grundlage, die von P.-A. Comte an der Universität von Neuchâtel zur Erreichung des Grades eines Dr. rer. nat. eingereicht wurde.

Angenommen: 29. August 1975
Deutsche Übersetzung: K. Exner