3D-CHARAKTERISIERUNG DER GRAPHITMORPHOLOGIE MIT HILFE DER FIB-NANOTOMOGRAPHIE

A. Velichko, K. Schladitz*, C. Holzapfel und F. Mücklich

Werkstoffwissenschaften, Lehrstuhl für Funktionswerkstoffe, Universität des Saarlandes, Postfach 151150, D-66041 Saarbrücken *Fraunhofer-Institut für Techno- und Wirtschaftsmathematik (ITWM), Fraunhofer-Platz 1, 67663 Kaiserslautern, Deutschland e-mail: a.velitchko@matsci.uni-sb.de

ABSTRAKT

Wie aus vielen früheren Arbeiten bekannt ist, spielt die Graphitmorphologie eine entscheidende Rolle für die mechanischen und physikalischen Eigenschaften des Gusseisens. Deswegen ist die korrekte Beschreibung der Graphitform von großer die Entwicklung automatischen und reproduzierbaren Bedeutung für einer Klassifizierungsmethode [1]. Dies sollte auch für das Verständnis der Phänomene, die auf der Grenzfläche zwischen Matrix und Graphitausscheidungen auftreten und die Makroeigenschaften beeinflussen, relevant sein. Die Charakterisierung der komplexen Graphitform in Gusseisen wurde bisher im Allgemeinen auf die 2D-Schliffebene Tomographische beschränkt. Untersuchungen sollen die charakteristischen Gefügekennwerte aus dem Volumen direkt liefern. Die klassische Röntgentomographie erreicht allerdings nicht das nötige Auflösungsvermögen [2].

Die Untersuchungen dieser Arbeit erfolgten in der DualBeam[™] Workstation Strata 235 (FEI Company). Die dreidimensionale Struktur wurde mittels 3D-Serienschnittmethode untersucht. Dazu erfolgte die Präparation mit dem fokussierten Ionenstrahl (FIB) und die Abbildung mittels Sekundärelektronen (REM). Daran schloss sich die 3D-Rekonstruktion von allen Serienschnitten mit Hilfe der 3D-Software Amira[™] an. Die Untersuchung der gefügecharakteristischen Kenngrößen in 3D erfolgte mit Hilfe des Softwaresystems MAVI. Die FIB-Nanotomographie [3] bietet erweiterte Möglichkeiten der Erforschung des 3D-Gefügeaufbaus auf einer Skala bis zu wenigen Nanometern und erlaubt es dadurch, die Korrelationen zwischen gefügecharakteristischen Parametern auch für komplexe und unregelmäßige Teilchenmorphologien zu bestimmen.

Keywords: Graphitmorphologie, FIB-Nanotomographie, 3D-Charakterisierung, Gefügecharakterisierung, Gusseisen, Formanalyse

1. EINFÜHRUNG

Die Bestimmung der realen gefügecharakteristischen Parameter in 3D mit Hilfe von 2D-Schnitten ist nicht trivial und beruht auf verschiedenen Formannahmen [4]. Während der Volumenanteil V_V und die spezifische Grenzfläche S_V einer Phase aus den ebenen Schnitten für isometrische Gefüge berechnet werden können, ist das für die Dichte des zweiten Krümmungsintegrals K_V bzw. für die mittlere Anzahl der Teilchen pro Volumeneinheit N_V nicht der Fall [4]. Um eine stereologische Methode für eine Abschätzung von N_V benutzen zu können, müssen die Modellannahmen an die Gefügeausbildung angepasst werden. Für die Beschreibung des Gusseisens mit Kugelgraphit kann von einem räumlichen System von Kugeln mit zufälligen Durchmessern ausgegangen werden. Die Schätzung der Verteilungsfunktion der Kugeldurchmesser ist das Wicksell'sche Korpuskelproblem. Verallgemeinerungen unter immer noch sehr starken Formannahmen sind möglich, siehe [4].

Die Lösung wird umso aufwändiger, je komplexer und unregelmäßiger die Partikel der zweiten Phase werden. Für Formen mit geringer Symmetrie, typisches Beispiel dafür sind Lamellen- und Vermikulargraphitausscheidungen sowie Temperkohle, ist die Formanalyse nicht möglich. Deswegen wird eine komplette 3D-Analyse unverzichtbar. Die 3D-Analyse liefert direkt die gefügecharakteristischen Kennwerte, ohne dass dabei irgendwelche Formannahmen gemacht werden müssen.

weitere Aufgabenstellung ist die Charakterisierung des Gusseisens Eine mit Lamellengraphit. Die subjektive Trennung nach gängigen Normen durch Vergleich mit Standardbildern von folgenden Graphitanordnungen stellt sich als besonders problematisch heraus: A- und C-Graphit, A- und E-Graphit, D- und E-Graphit, B- und D-Graphit [5]. Unterschiedliche Graphitanordnungen können in einer Gusseisenprobe koexistieren z. B. kann B-Graphit im Zentrum bereits Ansätze zur D-Graphitbildung aufweisen. In der Arbeit von K. Roberts [6] wurde gezeigt, dass die stereologischen Parameter von entscheidender Bedeutung für die Differenzierung zwischen oben genannten Lamellengraphitanordnungen sind. Als besonders wichtig haben sich der Volumenanteil (V_V), Quotient aus Integral der mittleren Krümmung und der spezifischen Grenzfläche (M_V/S_V) , und die spezifische Teilchenzahl (N_A) gezeigt. Um einen quantitativen Unterschied zu finden, wurden in Rahmen dieser Arbeit B- und D-Graphit in 2D und 3D charakterisiert.

2. EXPERIMENTELLES

2.1 FIB TOMOGRAPHIE UND 3D REKONSTRUKTION

Gusseisenproben mit Kugel-, Vermikular- und Lamellengraphit sowie eine Tempergussprobe wurden in Rahmen dieser Arbeit analysiert. Gusseisenproben, die freundlicherweise von der Halberg Guss GmbH zur Verfügung gestellt worden sind, wurden mit Hilfe der FIB-Tomographie analysiert. Ausführliche Angaben zur Probenpräparation und Charakterisierung finden sich in [7].

Die Benutzung der Serienschnitttechnik in der DualBeam[™] Workstation (REM & FIB) eröffnet neue Möglichkeiten der Charakterisierung von Graphitausscheidungen, insbesondere seiner 3D-Form. Für die FIB-Tomographie wird das Material im interessierenden Bereich mit dem fokussierten Ionenstrahl (FIB) schrittweise äquidistant abgetragen und jeder freigelegte Schnitt mit Elektronen abgebildet.

Die automatische Serienschnittmethode ermöglicht die Durchführung einer großen Anzahl von Schnitten. Dadurch kann eine hohe Auflösung in z-Richtung (theoretisch bis zu 10 nm) erzielt werden. Die Auflösung in x- und y-Richtung entspricht der Auflösung der REM-Aufnahme (bis zu 3 nm). Für die Analyse der Graphitteilchen wurden diese in einem Abstand von 0,3 µm bzw. 0,5 µm äquidistant geschnitten. Diesen Abständen entspricht die maximale Pixelgröße, die in der 2D- Analyse für die optimale Graphitklassifizierung unbedingt notwendig ist [1], [8]. Die Wahl des Abstandes wird durch die angestrebte Genauigkeit bestimmt. Anschließend wurden die Bilder mit der 3D-Software Amira[™] bearbeitet. Im ersten Schritt der Rekonstruktion müssen die Aufnahmen präzise ausgerichtet, sowie einer Bildverarbeitung unterzogen und schließlich segmentiert werden. Erst dann ist es möglich, die rekonstruierte 3D-Struktur in verschiedenen Blick-Richtungen zu untersuchen und die stereologischen Parameter zu bestimmen.

2.2 2D- UND 3D-CHARAKTERISIERUNG

Durch die so rekonstruierten Graphitteilchen wurden mehrere ebene Schnitte gelegt und anschließend mit der Bildanalysesoftware a4i Analysis charakterisiert. Für jeden Schnitt wurden alle relevanten Teilchenparameter bestimmt.

Die dreidimensionale Charakterisierung erfolgte mit Hilfe des am Fraunhofer ITWM Kaiserslautern entwickelten Softwaresystems MAVI (Modular Algorithms for Volume Images) für die Verarbeitung und Analyse von 3D-Bildern. MAVI ist spezialisiert auf die Charakterisierung der Geometrie von komplexen Mikrostrukturen: Volumen, Oberfläche, Krümmungsintegrale und die Eulerzahl werden für die vollständige Struktur oder für einzelne Objekte bestimmt.

Als erster Schritt wurden für die Bilderstapel die Voxeldimensionen festgelegt und die Binarisierung im Volumen durchgeführt. Das Modul "object labeling" weist jedem in 3D zusammenhängenden Objekt einen bestimmten individuellen Grauwert zu. Die Voxelkonnektivität hängt von der gewählten Nachbarschaft ab [9]. In dieser Arbeit wurde die Nachbarschaft 26/6 gewählt, als meist benutzte in den Algorithmen für die Berechnung der Eulerzahl [10]. Anschließend können sowohl 3D-Teilchenparameter für jedes Objekt als auch 3D-Messfeldparameter berechnet werden. Die Algorithmen für die Berechnung der gefügecharakteristischen Parameter in MAVI entsprechen den in [4], [9], [11], [12] beschriebenen Verfahren.

3. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

3.1 ANALYSE DER REALEN UND REKONSTRUIERTEN SERIENSCHNITTE

REM-Schon nach einer Ausrichtung der ursprünglichen hochaufaelösten Serienaufnahmen der FIB-Tomographie ist es möglich, die Morphologie der Graphitteilchen aus allen Richtungen virtuell zu schneiden und das Teilcheninnere zu betrachten (Abb. 1). Eine derartige Ansicht ermöglicht insbesondere im Fall von komplizierten Graphitteilchen ein Verständnis der realen dreidimensionalen Form und erlaubt erste Aussagen z.B. über Teilchenursprung und Wachstumsrichtungen.



Abb. 1: Ursprüngliche x-y-Serienaufnahmen (A-C) und rekonstruierte z-x-Schnitte (1-6)

In Abb. 1 sind deutlich zwei unterschiedliche Kugelgraphittypen zu sehen: Einige Kugeln haben glatte Oberflächen und wenig Poren und Einschlüsse; andere sind deutlich unregelmäßiger, haben zerklüftete Konturen und enthalten eine große Anzahl von Einschlüssen und/oder Poren. Kugelgraphit dieser beiden Typen wurde ebenso zum Teil in Gusseisen mit Vermikulargraphit beobachtet. Temperkohle erscheint als Agglomerat vieler kleiner unregelmäßiger Partikel. Vermikulargraphitteilchen erscheinen korallenähnlich mit großen flachen abgerundeten Zweigen. Die quantitative 3D-Analyse ermöglicht die eindeutige Charakterisierung dieser Formen.

3.2 3D-CHARAKTERISIERUNG DER GRAPHITTEILCHEN

Die 3D-Gefügeparameter, die in Tabelle 1 exemplarisch nur für ein Teilchen pro Graphittyp zusammengefasst sind, deuten darauf hin, dass die unterschiedlichen Graphitmorphologien charakteristische Werte der 3D-Parameter besitzen. Für die Beschreibung einzelner 3D-Teilchen werden vier gefügecharakteristische Grundparameter benutzt: Volumen (V), Grenzfläche (S), Integral der mittleren Krümmung (M) und Integral der totalen Krümmung (K). Die Dichten dieser Parameter im Volumen, nämlich Volumenanteil (V_V), spezifische Grenzfläche (S_V), spezifisches Integral der mittleren Krümmung (M_V) und spezifisches Integral der totalen Krümmung (K_V), bilden den Grundstein für die Charakterisierung der Mikrostruktur. Um solche Werte zu ermitteln, Volumina benötiat. werden allerdings arößere die mehrere einzelne oder zusammenhängende Teilchen enthalten. 3D-Messfeldparameter wurden ausschließlich für Gusseisenproben mit Lamellengraphit ermittelt.

	GJS1	GJS2	GJM	GJV
2D Schnitt				
3D Ansicht				
V, µm³	8722	9912	78130	81324
S, μm²	6520	2970	34885	44594
M, µm	-2892	-493	102	2297
K	-1470	264	-980	-390
χ	-117	21	-78	-31
$f_1 = \sqrt{36\pi} \frac{V}{\sqrt{S^3}}$	0,176	0,651	0,128	0,092
$f_2 = \frac{V}{V_{Konvexehülle}}$	0,46	0,69	0,30	0,12

Tabelle 1: 3D-Teilchenparameter für Kugel-, Temper- und Vermikulargraphit

V bezeichnet das Teilchenvolumen. S gibt das Maß für die Teilchenoberfläche an. Das Integral der mittleren Krümmung M beschreibt den geometrischen Aufbau (d.h. die Form) der Einschlüsse. Es wird nach folgender Formel [4], [13] berechnet:

$$M = \iint_{S} \frac{1}{2} \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) dS , \qquad (1)$$

wobei r₁ der minimale und r₂ der maximale Krümmungsradius der Oberfläche im Punkt P sind. Vier unterschiedliche Oberflächenelemente können dabei auftreten (Tabelle 2). Der Anteil der jeweiligen Oberflächenelemente und das Verhältnis zwischen zwei Krümmungsradien entscheiden über den Wert des Integrals der mittleren Krümmung M. Das erste Krümmungsintegral M des Kugelgraphitteilchens GJS1 ist << 0. Grund dafür sind die stark zerklüftete Oberfläche, der hohe Anteil an Sattel2-Oberflächenelementen und die große Anzahl an Poren, die das Vorhandensein konkaver Oberflächen voraussetzt. Die Oberfläche des Teilchens GJS2 ist wesentlich glatter und konvexer. Eine geringe Anzahl an Poren verursacht den negativen Wert von M. Temper- und Vermikulargraphitteilchen besitzen ein positiven Wert des Integrals der mittleren Krümmung M bedingt durch den hohen Anteil konvexer und Sattel1-Oberflächenelemente.

Tabelle 2: Form der Oberflächenelemente P und deren lokale Krümmung MP
Sattel1KonvexSattel1Sattel2KonkavPPPPPP $|r_1| < |r_2|, r_1 > 0, r_2 > 0$ $|r_1| < |r_2|, r_1 > 0, r_2 < 0$ $|r_1| < |r_2|, r_1 < 0, r_2 > 0$ $|r_1| < |r_2|, r_1 < 0, r_2 < 0$ $M_P > 0$ $M_P < 0$ $M_P < 0$ $M_P < 0$

Das Integral der totalen Krümmung K hängt direkt von der Eulerzahl der Teilchen ab. Die Eulerzahl ist ein topologischer Parameter, er beschreibt die räumliche Konnektivität und wird im dreidimensionalen Raum nach folgender Formel berechnet:

$$\chi = N - C = \frac{1}{2} \left(T_{Konvex} + T_{Konkav} - T_{Sattel} \right), \tag{2}$$

wobei N die Teilchenzahl ist, C die Konnektivität und T die Anzahl der jeweiligen konvexen, konkaven und Sattel-Tangenten. Für konvexe Teilchen ist C=0, so wie die Anzahl der konkaven und Sattel-Tangenten gleich 0 ist. Im Allgemeinen, wenn die Teilchen, die nicht unbedingt eine konvexe Form haben, einfach miteinander verbunden sind, ist die Konnektivität gleich Null und die Tangentenzahl entspricht der Teilchenzahl. Ein anderer extremer Fall: Für ein vollständig verbundenes Netzwerk (nur ein Teilchen) ist N_V viel kleiner als C_V und die Tangentenzahl (die hauptsächlich Sattel-Tangenten enthält) entspricht der Konnektivität [13].

Die Eulerzahl der glatten GJS2 Teilchen ist positiv und ungleich 1 aufgrund der geringen Anzahl an geschlossenen Poren bzw. konkaven Tangenten. Die Eulerzahl für GJS1, GJM, und GJV (Tabelle 1) Teilchen ist negativ, d.h. dass die Anzahl der Sattel-Tangenten überwiegt der Anzahl der konvexen und konkaven Tangenten. Der Betrag der Eulerzahl hängt eindeutig auch von der Oberflächenrauigkeit ab, die in der Reihenfolge GJS1- GJM-GJV-GJS2 abnimmt.

Neben den Grundparametern wurden für die oben genannten Graphitteilchen zwei 3D-Formfaktoren berechnet und in Tabelle 1 miteinander verglichen. Der Formfaktor 1 vergleicht die Teilchenvolumina mit dem Volumen der Kugel gleicher Oberfläche (S). Je näher die Teilchen der idealen Kugel sind, desto näher sind die Faktoren dem Wert 1. Die eingeschlossenen Poren und die raue Kontur erhöhen die Oberfläche des Teilchens, und verkleinern dadurch den Formfaktor 1. Demzufolge besitzt auch das Kugelgraphitteilchen GJS1 ein Wert des Formfaktors 1, der sich dem Wert für Temperkohle und Vermikulargraphitteilchen annähert. Der Formfaktor 2 beschreibt die Konvexität des Teilchens. Das GJV Teilchen besitzt die kleinste Konvexität, das glatte GJS2 Teilchen die größte.

Die 3D-Analyse erlaubt durch die unterschiedlichen Teilchenparameter eine ausführliche Beschreibung der Struktur im dreidimensionalen Raum.

3.3 CHARAKTERISIERUNG DER LAMELLENGRAPHITANORDNUNGEN MIT HILFE VON 2D- UND 3D-MESSFELDBASIERTEN PARAMETERN

Die Lamellengraphitteilchen im Zentrum einer eutektischen Zelle wurden mit Hilfe der FIB-Tomographie analysiert und mit Hilfe der quantitativen Analysesoftware in 2D (a4i Analysis) und in 3D (MAVI) charakterisiert. Die REM-Aufnahmen der Gusseisenprobe [7] sind in die Abb. 2a und 2b zu sehen. Die Probe enthält Lamellengraphit der Anordnung B sowie Ansätze von D-Graphit. Aus der mit AmiraTM erfolgten 3D-Rekonstruktion der Graphitteilchen (Abb. 2c und 2d) im untersuchten Bereich sieht man die deutlichen Unterschiede in der Graphitmorphologie. Teilchen in D-Graphit sind wesentlich kleiner und haben vermutlich eine viel höhere Dichte. Bei der 2D-Analyse der Serienschnitte wurden mehr als 4000 Objekte analysiert. Die 3D-Analyse hat gezeigt, dass die meisten Teilchen, die man in den 2D-Schnitten beobachtet, in 3D zwei große komplexe Teilchen sind (Eulerzahl gleich -315 und -390). Die Anzahl der kleinen separaten 3D-Teilchen, die z.B. vom Rand abgeschnitten sind, liegt bei ca. 250. Für B-Graphit in 2D wurden 2700 Teilchen charakterisiert, in 3D sind das ein großes Teilchen mit hoher Konnektivität (χ = -574) und ca. 50 kleinere Teilchen.

Dadurch dass diese Lamellengraphitteilchen im Raum fast alle miteinander verbunden sind, kann man keine teilchenbasierten Parameter anwenden. Die Lamellengraphitmorphologie wird mit Hilfe messfeldbasierter Parameter charakterisiert (Tabelle 3).

Für die isotrope Struktur können Volumenanteil (V_V), spezifische Grenzfläche (S_V) und das spezifische Integral der mittleren Krümmung (M_V) aus 2D-Gefügeaufnahmen nach stereologischen Gleichungen ermittelt werden [4]. Der in 2D und 3D ermittelte Volumenanteil und spezifische Grenzfläche stimmen für beide Graphitanordnungen überein. Das ist allerdings nicht der Fall für M_V und ist daher Gegenstand weiterer Untersuchungen. Die spezifische Grenzfläche S_V für Lamellengraphit ist im Vergleich zu anderen Graphittypen am größten (> 0,1 μ m²/ μ m³) [14]. Für den Vergleich der Lamellengraphitanordnungen B und D ergibt sich ein etwa doppelt so großer Wert für D-Graphit. Für die Integrale der mittleren und totalen Krümmung ergibt dich für D-Graphit ein zehnfach höherer Wert als für B-Graphit. Dadurch dass in den 2D-Schnitten fast alle Teilchen separat voneinander liegen, gleichen sich die Werte für N_A und χ_A sehr. Bei der 3D-Analyse wird die Konnektivität der Lamellengraphitteilchen berücksichtigt. Als Ergebnis ist die Teilchendichte sehr niedrig. Die Spezifische Eulerzahl χ_V ist für die Charakterisierung solcher Gefüge deutlich besser geeignet.



Abb. 2: REM-Aufnahmen des tief geätzten Lamellengraphits (a) B und (b) D; 3D-Rekonstruktion der Graphitstruktur (c) I B [7] und (d) I D im Zentrum der eutektischen Zelle

Parameter	Dimension	Formel	Einheit	Lamellengraphit		
				I B	I D	
Vv	2D	A_{A}	%	12,1 ± 2,2	7,95 ± 1,01	
	3D	$V_{_V}$	%	11,7	7,63	
Sv	2D	$\frac{4}{\pi}L_A$	1/µm	0,17 ± 0,03	$0,35 \pm 0,03$	
	3D	$\frac{\sum S}{V}$	1/µm	0,18	0,36	
Mv	2D	$2\pi\cdot\chi_A$	1/µm²	0,014 ± 0,005	0,15 ± 0,01	
	3D	$\frac{\sum M}{V}$	1/µm²	0,022	0,29	
Kv	3D	$\frac{\sum K}{V}$	1/µm³	-0,013	-0,156	
M _V / S _V	2D	$\frac{\pi^2}{2} \cdot \frac{\chi_A}{L_A}$	1/µm	0,083	0,425	
	3D	$\frac{\sum M}{\sum S}$	1/µm	0,122	0,801	
XA NA XV NV	2D 2D 3D 3D	_	1/µm² 1/µm² 1/µm³ 1/µm³	$\begin{array}{c} 0,0022 \pm 0,0008 \\ 0,0024 \pm 0,0007 \\ -9,9\cdot 10^{-4} \\ 9,4\cdot 10^{-5} \end{array}$	$\begin{array}{c} 0,024 \pm 0,002 \\ 0,024 \pm 0,002 \\ -1,2 \cdot 10^{-2} \\ 4,9 \cdot 10^{-3} \end{array}$	
LA	2D		1/µm	$0,13 \pm 0,03$	$0,28 \pm 0,02$	

 Tabelle 3: Messfeldbasierte Parameter für Lamellengraphitanordnungen B und D

 Deremeter
 Dimension

 Finheit
 Lamellengraphit

Zusätzlich wurde der Quotient M_V/S_V berechnet. Dies hat sich in früheren Arbeiten als wichtig für die Klassifizierung erwiesen [6] und beschreibt die mittlere Oberflächenkrümmung. D-Graphit besitzt einen höheren Wert, bedingt durch häufigere Verzweigungen im Lamellengraphitnetzwerk.

Alle diese Parameter bilden eine Basis für die Charakterisierung unterschiedlicher Lamellengraphitanordnungen. Das ist die Ausgangsgrundlage für das quantitative Verständnis der Werkstoffeigenschaften.

4. ZUSAMMENFASSUNG

Unterschiedliche Graphittypen in Gusseisen wurden zum ersten Mal mittels FIB-Tomographie mit hoher Auflösung (bis zu 0,1 µm) analysiert und mit Hilfe der 3D-Rekonstruierungs- und Analysesoftware charakterisiert. Quantitative gefügecharakteristische 3D-Parameter wurden für die Volumenbildern berechnet. Die aus 3D-Aufnahmen ermittelten Integrale der mittleren und totalen Krümmungen, sowie die Teilchen- (N_V) und Eulerzahl (χ_V) beschreiben die Teilchenform bzw. die Konnektivität unterschiedlicher, komplizierter Graphitmorphologien. Die neuen Kenntnisse sind von großer Bedeutung für die Materialeigenschaften und können als Grundlage für die Simulation des Materialverhaltens dienen.

DANKSAGUNG

Die Arbeit wurde durch das BMBF-Projekt Nr. 03N3119 finanziert. Die Autoren bedanken sich bei der Halberg Guss GmbH für das Probenmaterial, bei den Mitarbeitern des ITWM Kaiserslautern für die Hilfe bei der 3D-Gefügecharakterisierung und bei A. Siefers, die im Rahmen des DAAD RISE Programms ihr Praktikum am Lehrstuhl für Funktionswerkstoffe absolviert hat, für die Datenauswertung.

LITERATUR

- [1] Velichko, A., Mücklich, F., Practical Metallography 43,2006, 192-207
- [2] Sánchez, S.A., Narciso, J., Rodríguez-Reinoso, F., Bernard, D., Watson, I.G., Lee, P.D., Dashwood, R.J., Advanced Engineering Materials, 8, 2006, 491-495
- [3] Holzer, L., Indutnyi, F., Gasser, PH., Münch, B., Wegmann, M., J. Microsoc. 216, 2004, 84-95.
- [4] Ohser, J., Mücklich, F.: "Statistical Analysis of Microstructures in Materials Science", John Wiley & Sons, 2000
- [5] Stets, W., Hartmann, D., Ohser, J., Taeubner, K., Giesserei 91, 2004, 20-30
- [6] Roberts, K., Weikum, G., Mücklich, F., Practical Metallography, 42, 2005, 396-410
- [7] Velichko, A., Holzapfel, C., Mücklich, F., Advanced Engineering Materials (submitted 2006)
- [8] Magenreuter, T., Velichko, A., Mücklich, F., Practical Metallography (submitted 2006)
- [9] Ohser, J., Nagel, W., Schladitz, K., Image Anal. Stereol., 22, 2003, 11-19.
- [10] Lee, C., Poston, T., Rosenfeld, A., CVGIP: Graph. Models Image Process. 53, 1991, 522-537
- [11] Lang, C., Ohser, J., Hilfer, R., J. Microsc., 202, 2001, 1-12
- [12] Nagel, W., Ohser, J., Pischang, K., J. Microsc., 198, 2000, 54-62
- [13] Russ J.C., Dehoff R.: "Practical Stereology", New York. Kluwer Academic/Plenum Publishers. 2000
- [14] Ohser J.; Sandau K.; Stets W.; Gerber W.: Practical Metallography, 40, 2003, 454-473