MIKROŠTRUKTÚRNE PARAMETRE DISPERZNE SPEVNENÉHO SYSTÉMU CU-AL$_2$O$_3$

Velgosová O.[1], Saxl I.[2], Besterci M.[3], Kohútek I.[4]
[1] Technická univerzita, Hutnícka fakulta, Letná 9/A, 040 01 Košice, Slovensko
[2] Matematický ústav AV ČR, Žitná 25, 115 67 Praha 1, Česko
[3]Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, 043 53 Košice, Slovensko
[4]U. S. Steel Košice, s.r.o, Výskumný a skúšobný ústav, 044 54 Košice, Slovensko

MICROSTRUCTURAL CHARACTERISTICS OF DISPERSION STRENGTHENED CU-AL$_2$O$_3$ SYSTEM

Velgosová O.[1], Saxl I.[2], Besterci M.[3], Kohútek I.[4]
[1] Technical University, Faculty of metallurgy, Letná 9/A, 040 01 Košice, Slovakia
[2] Mathematical Institute AS ČR, Žitná 25, 115 67 Praha 1, Czech
[3] Institute of Material Research SAS, Watsonova 47, 043 53 Košice, Slovakia
[4] U. S. Steel Košice, s.r.o, Research Institute U.S. Steel, 044 54 Košice, Slovakia

Abstract

The uniform equiaxed grain structure of the examined system is suitable for a detailed metallographic analysis based on the grain size estimation methods recommended by the National Standards and closely imitating the approaches proposed by ASTM E-112 Standards. In particular, it supply a possibility to come the assumptions inherent to Standards with the recent results obtained by stochastic simulations of space-filling cell systems – random Voronoi tessellations – in the case of one real grain structure.

The estimation of the grain size is presented for Cu-based composite prepared by powder metallurgy method of mechanical alloying. Microstructural data were obtained by manual analysis of planar and linear sections. Grain size estimation was carried out by using an improved approach based on an extensive database of spatial tessellations and combining both line intercept and planar profile counts together with profile area variance.

The volume fraction V_V of the dispersed Al_2O_3 particles was estimated by the lattice point count. The both Jeffries and Heyn methods, namely profile and intercept counts, have been applied in order to obtain simultaneously the estimates of the profile intensity (density) N_A and of the intercept intensity (density) N_L. There is a fixed relation between N_L and N_A, namely $N_A = cN_L^2$, where $c = 1/1.26 = 0.7937$. The estimates of the grain size number G based on N_L and N_A are identical see Eq.1. Simultaneously, the chords lengths l have been directly measured: their mean length is $[\mathrm{E}l] = 1/[N_L]$, CV l is their coefficient of variation. There is a fixed relation between the spatial grain intensity N_V and the planar feature intensities N_L, N_A, see Eq.2, (the underlying idea is that the system of profile chords is equivalent to the system of uniform random chords of a ball the volume of which is $1/N_V$).

The estimator of the mean profile area is $[\mathrm{E}a] = 1/[N_A]$. Areas of profiles completely included within measuring window were estimated by the lattice point count. The coefficient of variation of such a size-weighted sample was used as a rough estimate of the coefficient of variation CV a of the whole induced planar tessellation.

A natural question whether there exists some spatial tessellation for which such assumptions are valid with a reasonable accuracy has been answered by Horálek [6]: it is the

non-homogeneous Johnson-Mehl model with the rate of germ nucleation $I = \alpha t$, where t is time and α is an arbitrary constant. The stochastic simulations carried out by Saxl and Ponížil [3] have shown that there are also several convex tessellations for which the ASTM assumptions are approximately valid. However, all such tessellations are far from being reasonably uniform as may be seen from the values of their coefficients of variation.

Keywords: grain size, dispersed phase, profile and intercept counts

Abstrakt

Rovnomerná rovnoosá zrnová štruktúra experimentálneho materiálu je vhodná pre podrobnú metalografickú analýzu založenú na metódach odhadu veľkosti zŕn podľa národných noriem, ktoré sú blízke postupom predpísaným normou ASTME-112. Predovšetkým ponúka možnosť dôjsť k predpokladom obsiahnutých v normách s využitím najnovších výsledkov, získaných počítačovou simuláciou systému buniek vyplňujúcich priestor – napríklad Voronoiove mozaiky v prípade reálnej zrnovej štruktúry.

V článku je prezentovaná metóda odhadu veľkosti zŕn matrice a objemového podielu disperznej fázy v reálnom materiáli. Experimentálny materiál bol pripravený práškovou metalurgiou metódou mechanického legovania. Údaje o mikroštruktúre boli získané z rovinného rezu. Cieľom práce bolo pomocou výsledkov získaných z rovinného rezu popísať štruktúru materiálu Cu s 0,1% Al_2O_3. Veľkosť zŕn bola stanovená pomocou dvoch metód: lineárnou metódou (počítaním priesečníkov) a počítaním profilov na rovine.

Úvod

Kvantitatívne hodnotenie heterogénnych štruktúr je v súčasnosti aktuálna téma. Rovnomerná rovnoosá zrnová štruktúra experimentálneho materiálu je vhodná pre podrobnú metalografickú analýzu založenú na metódach odhadu veľkosti zŕn podľa národných noriem [1], ktoré sú blízke postupom predpísaným normou ASTME-112 [2]. Predovšetkým ponúka možnosť dôjsť k predpokladom obsiahnutých v normách s využitím najnovších výsledkov, získaných počítačovou simuláciou systému buniek vyplňujúcich priestor – napríklad Voronoiove mozaiky v prípade reálnej zrnovej štruktúry [3].

Materiál a spôsob merania

Materiál s nominálnym objemovým podielom disperzoidu 1 obj.% Al_2O_3 bol pripravený metódou reakčného mletia [4, 5]. Základnou operáciou bolo homogenizačné mletie práškovej zliatiny CuAl s Al práškom v oxidačnej atmosfére attritora, počas ktorého vznikol CuO. Počas následného tepelného spracovania prešiel kyslík z CuO na Al, výsledkom čoho bol vznik fázy Al_2O_3. Prebytok CuO bol odstránený žíhaním v atmosfére H_2+H_2O. Zmes bola kompaktizovaná lisovaním za studena, spekaním a lisovaním za tepla pri teplote 750-800°C.

Z takto pripraveného materiálu bolo vyrobených päť rovnakých metalografických vzoriek leštením a leptaním vo vodnom roztoku $(NH_4)_2S_2O_8$, ktoré boli pozorované svetelným mikroskopom pri zväčšení 1000×.

Analýza vzoriek bola urobená na mikrosnímke získanej digitálnym spracovaním pri výslednom zväčšení 1530×. Výsledky boli získané vyhodnotením piatich snímok mikroštruktúr o ploche 503 cm^2 obsahujúcich v priemere okolo 25 profilov zŕn. Celkový počet profilov N=122 prekračuje hodnotu 50 profilov ukladaných normou. Vyhodnocované zrna boli rovnoosé, značne

zdvojčatené a približne rovnakej veľkosti, Obr.1. Po starostlivej kontrole je možné napriek klamlivému efektu dvojčatenia spoľahlivo a jednoznačne určiť hranice zŕn, viď Obr.2.

Metódy hodnotenia

Objemový podiel V_V disperzných častíc Al_2O_3 bol vyhodnocovaný mriežkovou metódou.

Metódy Jeffriesa a Heyna, konkrétne metódy počítania profilov a priesečníkov, boli aplikované pre získanie výsledkov intenzity profilov (hustoty) N_A a intenzity priesečníkov N_L: $[N_A]=(p_1+0,5\cdot p_2-1)/W$, kde p_1 je počet profilov, ktoré sú celé obsiahnuté v hodnotenej oblasti W a p_2 je počet profilov preťatých hraničnou čiarou oblasti W. Zároveň $[N_L]=(c_1+0,5\cdot c_2)/L$, kde c_1 je počet celých tetív testovanej čiary L a c_2 počet tetív preťatých hranicami hodnotenej oblasti. Dĺžky tetív l boli priamo merané, pričom $[El]=1/[N_L]$ je ich stredná dĺžka a CV l je ich koeficient variácie.

Odhad strednej plochy profilov je $[Ea]=1/[N_A]$. Plochy profilov úplne obsiahnutých vo vnútri meranej oblasti boli odhadnuté s využitím mriežkovej metódy (mriežková konštanta 1 cm). Ako hrubý odhad koeficientu variácie CV a celej simulovanej plošnej mozaiky bol použitý koeficient variácie vážených vzoriek (profily sú hranicou pozorovaného okna vyberané v závislosti na ich strednej šírke).

Predpoklady zahrnuté v normách sú nasledovné:

I. medzi N_L a N_A existuje nasledovný vzťah: $N_A=c\cdot N_L^2$, kde c=1/1,26=0,7937. (Základnou myšlienkou je, že systém náhodných tetív profilov je ekvivalentný systému rovnomerne náhodných tetív kruhu o ploche $1/N_A$).

Dôsledok: Odhady veľkosti zŕn G založené na N_L a N_A sú identické:

$$G = -3,2877+6,6439 \log N_L = -2,9542+3,3220 \log N_A \quad (1)$$

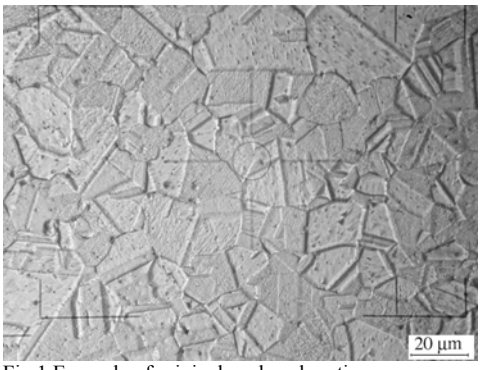

Fig.1 Example of original analyzed section.

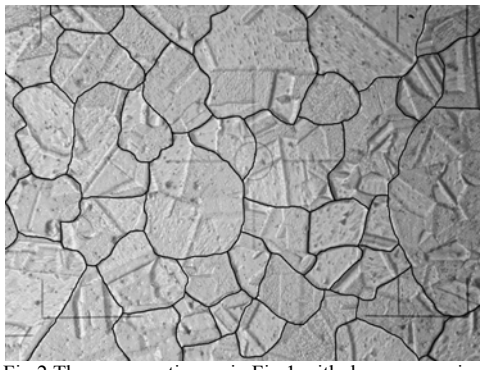
Fig.2 The same section as in Fig.1 with drawn up grain boundary traces.

II. Existuje vzťah medzi priestorovou hustotou zŕn N_V a hustotami N_L, N_A (Základnou myšlienkou je, že systém tetív profilov je ekvivalentný systému rovnomerne náhodných tetív gule o objeme $1/N_V$).

Dôsledok: Odhady priestorovej hustoty zŕn N_V založené na N_L a N_A sú identické:

$$N_V = c''\cdot N_L^3 = c'\cdot N_A^{3/2} \quad \text{kde } c'' = 0,5659,\ c' = 0,81 \quad (2)$$

takže $c=(c''/c')^{2/3}$ ako dôsledok predpokladu (1).

Table 1 Coefficients of variation and scale independent factors c, c', c'' for different tessellations.

Typ mozaiky	CV l	CV a	CV v	c	c'	c''
14-sten (bc mriežka)	0,471	0,532	0	0,756	0,648	0,426
kosoštvorcový 12-sten (fc mriežka)	0,476	0,565	0	0,770	0,620	0,419
Poisson-Voronoiova mozaika	0,582	0,695	0,423	0,688	0,568	0,324
Johnson-Mehlov model [6]	0,68	1,05	1,5	0,777	0,827	0,566
Poissonova globulárna mozaika N=30	0,75	1,14	1,67	0,71	0,84	0,50

Prirodzená otázka, či existuje nejaká priestorová mozaika, pre ktorú sú tieto predpoklady platné s primeranou presnosťou, bola zodpovedaná Horálkom [6]: je to nehomogénny Johnson-Mehlov model s intenzitou nukleácie zárodkov $I=\alpha t$, kde t je čas a α je ľubovoľná konštanta. Stochastická simulácia predložená Saxlom a Ponížilom [3] ukázala, že existuje niekoľko typov konvexných mozaík, pre ktoré sú predpoklady ASTM približne platné. Takéto mozaiky sú však vzdialené od predpokladu rovnomernosti, čo vyplýva napríklad z hodnôt ich koeficientov variácie. Niekoľko takýchto mozaík je porovnaných v Tab.1. V prvých dvoch riadkoch sú Voronoiove mozaiky vytvorené priestorovo centrovanou (bc) a plošne centrovanou (fc) kubickou mriežkou – mozaika tvorená 14-stenmi má najnižšiu možnú hodnotu CV a a CV l. V poslednom riadku je mozaika vytvorená Neyman-Scottovými zhlukmi, ktoré sú tvorené N bodmi Poissonových množín bodov, rozmiestnených rovnomerne náhodne vo veľmi malej guli (podrobnejší popis je v [3, 7]). Tento model sa vyznačuje stredne veľkou hodnotou CV a popisujúcou bimodálnu mozaiku s veľkým rozpätím medzi módmi distribúcie objemov buniek.

Výsledky a diskusia

i) Objemový podiel Al_2O_3

Priestorová distribúcia Al_2O_3 častíc bola dosť nerovnomerná, čo potvrdzuje aj rozptyl V_V piatich analyzovaných vzoriek – Tab.2. Očakávaný objemový podiel V_V je vyšší, čo je pravdepodobne dôsledkom toho, že veľkosť niektorých častíc je pod rozlišovacou schopnosťou mikroskopu – ich priemer je medzi 1 a 3 μm.

Table 2 Volume fraction estimation.

Objemový podiel V_V [obj.%]	Interval V_V [obj.%]	Koeficient chyby CE V_V	CV V_V
0,604	0,48 - 0,83	0,08	0,98

ii) Odhad veľkosti rovinných charakteristík

Odhad veľkosti zŕn bol robený pomocou lineárnej metódy – Tab.3. – a pomocou rovinných metód – Tab.4. Hodnota [**E***l*] uvedená v zátvorke zodpovedá ekvivalentným konvexným profilom (pozri nižšie). Veľkosť zrna G bola vypočítaná v súlade s ASTM normami a podľa vzťahu (1). Výsledky sa líšili len o 5%, čo potvrdzuje, že predpoklad I. je pre skúmaný materiál akceptovateľný. Tento záver má relatívne všeobecnú platnosť, ako je to ukázané v podrobnejšej práci [7].

Table 3 Intercepts count (Heyn method) and chord length estimation.

Počet tetív	Stredná dĺžka tetivy [**E***l*] = [1/N_L] [mm]	Koeficient chyby CE l	[CV l]	[G]
385	0,022 (0,024)	0,027	0,55	7,72 (7,47)

Table 4 Profile count (Jeffries method) and profile area estimation.

Počet profilov	Skúmaná plocha [mm^2]	Stredná plocha profilu [**E***a*] = [1/N_A] [mm^2]	Koeficient chyby CE *a*	[CV *a*]	[*G*]
122	0,0215	$7{,}7\times10^{-4}$	0,04	0,57	7,39

V Tab.5 sú sústredené hodnoty všetkých rozmerovo invariantných koeficientov *c*, *c′*, *c″* stanovených v normách [1, 2] spolu so strednou hodnotou [*c*]=N_A/N_L^2 vyhodnocovanou zvlášť pre každú z piatich vzoriek spolu so zodpovedajúcou štandardnou chybou priemeru. Táto hodnota je podstatne menšia ako hodnota určená pomocou normy ASTM.

Table 5 Scale invariant factors *c*, *c′*, *c″*.

Zdroj	*c′*	*c″*	*c*
ASTM	0,8	0,566	0,794
SK, CZ	1,0	0,7	0,788
Získané odhady	**0,56 (0,60)**	**0,293 (0,398)**	**0,65**±0,03 **(0,76**±0,03**)**

iii) Odhad priestorovej veľkosti zŕn

Odhad priestorovej hustoty zŕn N_V vypočítaný podľa odporúčaní noriem [2] je uvedený v Tab.6 - hodnota založená na hustote priesečníkov N_L je o 60% vyššia ako výsledky založené na hustote profilov N_A.

Table 6. Estimates of the spatial grain intensity N_V.

Vzor	$[N_V]=c'N_A^{1,5}$	$[N_V] = c''N_L^3$
ASTM	37 411	53 140
Vyhodnotenie pomocou w-s diagramu	26 210 (28 080)	26 210 (28 080)

Použitím odhadov CV *a* a *c* sledovaného materiálu (Tabuľky 4 a 5) môže byť dosiahnutý presnejší odhad faktorov *c′* a *c″*, ak bude použitý nástroj pre analýzu navrhovaný v poslednej dobe, ktorý je označovaný ako *w-s* diagram [3]. V tomto diagrame, ktorého príslušná časť ja na Obr.3, je každá skupina mozaík reprezentovaná bodom v ortogonálnom súradnicovom systéme s osami E*w* (stredná hodnota strednej plochy bunky *w* nazývaný tiež stredný Feretov priemer) a E*s* (stredná plocha buniek). Horná a pravá nelineárna os udáva hodnoty faktorov *c′* a *c″*, ktoré sú vo všeobecnosti funkcie súradníc: $c'=(\mathrm{E}w)^{-3/2}$, $c''=(4/\mathrm{E}s)^{-3}$ [3]. Sieť prerušovaných čiar znázorňuje vzťah medzi E*w* a E*s* pri konštantnej hodnote faktora *c*, konkrétne $\mathrm{E}s=4(\mathrm{E}w/c)^{1/2}$ pre vybrané hodnoty *c* (2/3; 0,79 - ASTM hodnota, 1). Ostatné krivky opisujú dôležité mozaiky závislé od určitých parametrov. Hrubá bodkočiarkovaná čiara (JM) opisuje Johnson-Mehlovu mozaiku [6] s premenlivou intenzitou nukleácie zárodkov $I(t)=\alpha\,\tau^{\beta-1}$. Zvláštnym prípadom je β=0, ktorý približne korešponduje s výberom faktorov *c′* a *c″* podľa normy ASTM – tento bod je označený čiernym krúžkom, ktorý leží tesne pod krivkou JM. Počiatočný bod (β =0) JM krivky je Poisson-Voronoiova mozaika (PVT). Kosoštvorcové symboly označujú polohu mozaiky tvorenú 14-stenmi a kosoštvorcových 12-stenov. Krivka spájajúca tieto body s PVT bodom reprezentuje takzvanú rozkmitanú mriežkovú mozaiku vytvorenú bodmi, náhodne posunutými z uzlov pravidelnej kubickej mriežky. Distribúcia posunutí je normálna $N(0, u^2)$ s $0\leq u\leq 10$ - mozaiky sa líšia len nepatrne od PVT pri hornej hranici *u*.

Tenká bodkočiarkovaná čiara (HEX) v pravom hornom rohu diagramu opisuje mozaiku, ktorej bunky sú hranoly so šesťuholníkovým prierezom s premennou veličinou *c*/*a*: v

ľavej časti ležia tyčinky, na pravej strane diagramu ploché častice. Nakoniec hrubá diagonála opisuje mozaiku generovanú Neuman-Scottovými zhlukmi. Zhluky sú buď globulárneho typu (PG – plná čiara) opísaného vyššie alebo podobného sférického typu s bodmi rozptýlenými rovnomerne náhodne na povrchu gule (PS – čiarkovaná čiara).

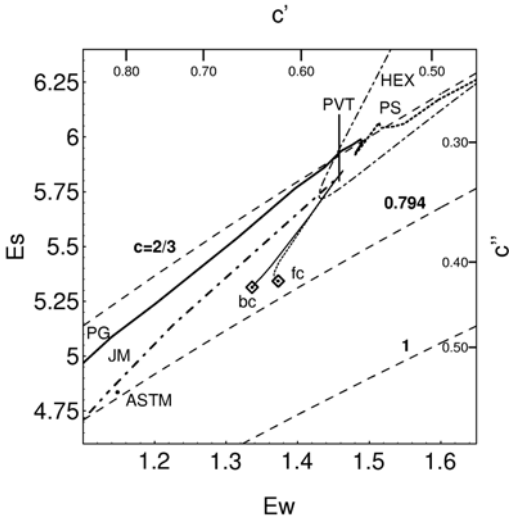

Fig.3 Part of the *w-s* diagram (see the description in the text).

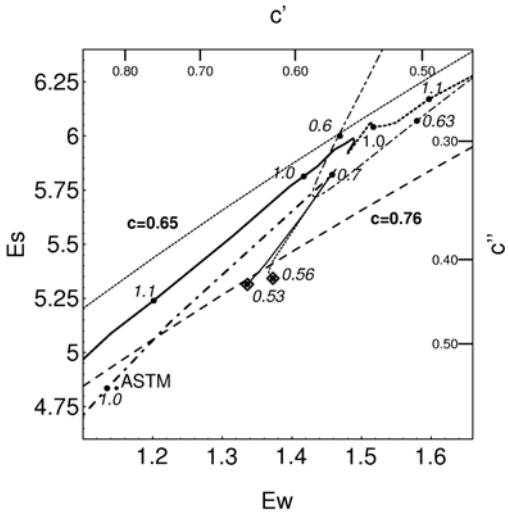

Fig. 4 *w-s* diagram with the values of CV *a* in selected points (see the description in the text).

Časť diagramu pod diagonálou patrí ku kombinácii rovinných, tyčinkovitých a klínových buniek s veľkým veľkostným rozptylom, zatiaľ čo medzi PG a JM krivkami sú koncentrované mozaiky rovnoosých vysoko disperzných buniek [3]. Oblasť nad diagonálou je pravdepodobne vyplnená mozaikami, ktorých bunky sú nekonvexné so zvrásnenými hranicami (fraktálne správanie - vysoké hodnoty E*s* pri danej hodnote E*w*).

Na Obr.4 je znázornená krivka s hodnotami CV *a* vo vybraných bodoch. Minimálna hodnota CV *a* je v bode bc. V súlade s našimi terajšími skúsenosťami CV *a* rastie v smere vpravo hore a vľavo dole od tohto bodu (teda v smere uhlopriečky) a tiež v horizontálnom smere k pravej strane diagramu (pozri [8]). Na rozdiel od prerušovanej siete pre *c*=k*onšt.* je bodkovaná krivka pre *c*=0,65 je nanesená v súlade s odhadnutou hodnotou faktora *c* (Tab.5). Táto hodnota je mierne nižšia a odhadovaná hodnota CV *a* 0,57±0,01 určuje jej možnú pozíciu na krivke popisujúcej pokrytie tyčinkami so šesťuholníkovým prierezom v bode s E*w*=1,47 z ktorého vyplývajú odhady nezávislých faktorov *c′* a *c″* udaných v poslednom riadku Tab.5. Obrazy rezov sa však nepodobajú rezom mozaiky tvorenej tyčinkami a pravdepodobnejšie vysvetlenie nízkej hodnoty *c* je nekonvexnosť zŕn, ktorá zvyšuje rast hodnoty E*s*, čoho dôsledkom je aj rast *c*. Porovnanie s konvexnou mozaikou vo w-s diagrame nie je teda úplne správne. V súlade s analýzou tejto hypotézy boli vyrovnané zvlnené hranice zŕn spojením trojných bodov. Táto procedúra nezmenila hodnotu N_A ale zvýšila E*l* o 9% a *c* o 18% - pozri hodnoty v zátvorkách v Tab.3 a 5. Pri kontrole *w-s* diagramu pozdĺž prerušovanej čiary *c*=0,76 môže byť bod s E*w*=1,4 pridelený sledovanej štruktúre. Odhady *c′* a *c″* sú opäť uvedené v Tab.5 (hodnoty v zátvorkách).

Spresnené odhady priestorovej hustoty zŕn sú uvedené v Tab.6. Tieto odhady sú značne nižšie ako odhady získané podľa metód ASTM, čo nie je prekvapujúce, ak sa

automaticky predpokladá, že hodnota CV $a \approx 1$ opisuje väčší rozptyl veľkosti zŕn, ako bolo pozorované v skúmanom materiáli. Navyše, nie je žiaden rozdiel medzi odhadom založeným na prienikoch alebo intenzity profilov, takže hodnota c bola použitá pre výpočet c'' z odhadnutej c'.

Nakoniec, empirický vzťah ponúkaný v [3, 8] môže byť použitý pre odhad koeficientu variácie CV v z hodnôt CV a, CV l (vzťah platí pre 0,53< CV a <0,9; 0,47< CV l <0,7):

$$[\mathrm{CV}\ v]_{\mathrm{CV}\ l} = 1{,}674 + 2{,}25 \ln(\mathrm{CV}\ l) = 0{,}33,$$

$$[\mathrm{CV}\ v]_{\mathrm{CV}\ a} = 0{,}984 + 1{,}445 \ln(\mathrm{CV}\ a) = 0{,}14,$$

Nižšia hodnota $[\mathrm{CV}\ v]_{\mathrm{CV}\ a}$ nie je prekvapujúca, keďže CV a bola určite podhodnotená tým, že pri jej výpočte boli použité len profily, úplne obsiahnuté vo vyhodnocovanom okne. Oba odhady však jasne ukazujú, že distribúcia objemov zŕn má veľmi malý rozptyl.

Závery

1) Vypočítaný objemový podiel fázy Al_2O_3 (0,604 obj.%) je podstatne nižší ako nominálny objemový podiel (1 obj.%). Vysvetľujeme to tým, že mikroskopom boli spoľahlivo rozoznané len veľké častice sekundárnej fázy.
2) Vyhodnotenie veľkosti profilov oboma metódami viedlo k skoro ekvivalentným výsledkom, obzvlášť ak hranice zŕn boli narovnané. Menej uspokojivý je odhad priestorovej hustoty zŕn N_V. ASTM odhad založený na počte priesečníkov bol o 40% vyšší ako odhad podľa počtu profilov (po narovnaní hraníc bol rozdiel len 10%). Avšak realistickejší odhad, ktorý berie do úvahy aj malé rozptyly plôch profilov, bol o 30% nižší ako odhad založený na odporúčaných vzorcoch ASTM. Také nadhodnotenie môže byť očakávané pre všetky zrnové štruktúry so strednou disperziou veľkosti zŕn.
3) Počet meraných charakteristík takto zlepšenej analýzy bol primeraný ($\approx$ 400 tetív a $\approx$120 profilov) a následné štatistické spracovanie založené na *w-s* diagrame je celkom jednoduché. Je však nutné podčiarknuť, že množstvo úsilia rýchlo narastá s poklesom pravidelnosti vyhodnocovanej štruktúry.

Práca vznikla za podpory projektu VEGA č. 2/5142/25 a Grantovej Agentúry Českej Republiky (č. 201/99/0269 - I.S.).

Literatúra

[1] ČSN 42 0462: Stanovení velikosti zrna ocelí a neželezných kovů (1982).
[2] ASTM E-112: Standard Methods for Determining Average Grain Size (1982, 1988).
[3] Saxl I., Ponížil P.: Grain size estimation: *w-s* diagram. Materials Characterization 42, 2001, 1-6.
[4] Besterci M., Šlesár M., Jangg G.: Optimalizácia parametrov mechanického legovania a kompaktizácie. Pokroky práškovej metalurgie, 1-2, 1992, 19-31.
[5] Besterci M.: Disperzne spevnený hliník pripravený mechanickým legovaním. Pokroky práškovej metalurgie, 34, 2, 1996, 5-73.
[6] Horálek V.: [12] V.: ASTM grain size model and related random tessellation models. Materials Characterization. 25 (1990) 263-284.
[7] Saxl I., Ponížil P.: Grain size estimation I, II. In: L. Wojnar, K. Rożniatowski (eds.): STERMAT'2000, Proc. Sixth Int. Conf. „Stereology and Image Analysis in Materials Science, Cracow 20. - 23. 9. 2000. Cracow: Polish Society for Stereology, 2000: 373-378, 379-384.
[8] Saxl I., Sülleiová K., Ponížil P.: Simulating grain size estimation. Kovové Mater. 39, 2001, 396-409.