

# Zur Gitterverzerrung in künstlichen Graphiten

Von

E. Fitzer\* und W. Fritz

Institut für Chemische Technik der Technischen Hochschule Karlsruhe

Mit 8 Abbildungen

(Eingegangen am 17. Dezember 1963)

Die Aussagekraft der aus dem Linienprofil der Basisinterferenzen abgeleiteten mittleren quadratischen Gitterverzerrungen künstlicher Graphite wird hinsichtlich des Graphitierungsverlaufes und des Graphitierungsgrades an verschiedenen Koksproben vergleichend untersucht. Neben dem mittleren Schichtebenenabstand und der mittleren Kristallitgröße in *c*-Richtung ergeben sich zusätzliche Aussagemöglichkeiten. Besonders interessant erscheint der Abbau der Gitterverzerrungen bei der Graphitierungsbehandlung für eine bestimmte Koksklasse im Temperaturbereich zwischen 1700° und 2000°C zu sein.

Künstliche Graphite sind polykristalline Kohlenstoffkörper, in welchen sowohl die kristalline Ordnung der einzelnen Körner als auch die innerhalb des Einzelkorns stark unterschiedlich ausgebildet ist. Die Aussagemöglichkeiten über den Ordnungszustand auf Grund von Röntgenfeinstrukturuntersuchungen werden darüber hinaus durch die extreme Anisotropie des Graphitgitters erschwert.

Aus der Lage der Beugungsmaxima der Basisinterferenzen können mittlere Schichtebenenabstände  $\bar{c}/2$  berechnet werden. Mit Hilfe experimentell bestimmter Grenzwerte für die Schichtebenenabstände im vollkommen ungeordneten, jedoch zur Ordnung befähigten Kohlenstoff ( $c'/2 = 3,44 \text{ \AA}$ ) einerseits und im perfekten Graphitgitter ( $c/2 = 3,354 \text{ \AA}$ ) andererseits lassen sich aus den gemessenen mittleren Schichtebenenabständen  $\bar{c}/2$  „Graphitierungsgrade“ definieren. Solche Vorschläge

---

\* Herrn Prof. Dr. *Franz Halla* zum 80. Geburtstag gewidmet.

liegen von *R. E. Franklin*<sup>1</sup>, *C. R. Houska* und *B. E. Warren*<sup>2</sup> sowie von *J. Maire* und *J. Mehring*<sup>3</sup> vor.

Von *Franklin*<sup>1</sup> wurde der „Graphitierungsgrad“ als Wahrscheinlichkeit  $p$  einer regellosen Unordnung zwischen zwei in sich geordneten Nachbarschichten definiert:

$$\bar{c}/2 = c'/2 - (c'/2 - c/2) \cdot (1 - p^2). \quad (1)$$

*Maire* und *Mehring*<sup>3</sup> dagegen postulieren als Maß der kristallinen Ordnung einen „Graphitierungsgrad“  $g$  nach

$$\bar{c}/2 = g \cdot c/2 + (1 - g) \cdot c'/2, \quad (2)$$

wobei die Wahrscheinlichkeit  $P$  einer vollkommenen Ordnung zwischen zwei in sich geordneten Schichten, wie sie aus der Modulation der (II)-Interferenzen abgeleitet werden kann, gleich dem Quadrat des „Graphitierungsgrades“  $g$  ist:

$$P = g^2. \quad (3)$$

Aus der *Linienbreite der Basisinterferenzen* kann eine Aussage über die Größe der geordneten Bereiche und die Gitterverzerrung in  $c$ -Richtung getroffen werden. Wenn wir auf die metallkundlichen Begriffe der inneren Spannungen zurückgreifen wollen, so muß es sich bei diesen Gitterverzerrungen im Graphit um Spannungen zweiter und dritter Art handeln, die über die einzelnen Bereiche des polykristallinen Formkörpers inhomogen verteilt sind.

*Houska* und *Warren*<sup>2</sup> haben die von *B. E. Warren* und *B. L. Averbach*<sup>4, 5, 6</sup> beschriebene Methode zur Trennung der linienverbreitenden Einflüsse durch Analyse des physikalischen Linienprofils erstmals auf Graphitierungsprobleme, nämlich auf die Graphitierung von Ruß, angewandt. Hierzu müssen mindestens zwei Ordnungen der Interferenz einer Netzebenenschar bekannt sein. Dies trifft beim Graphitgitter meist nur für die (001)-Interferenzen zu.

Zu den physikalischen Linienprofilen gelangt man durch ein von *A. R. Stokes*<sup>7</sup> angegebenes Verfahren. Nach diesem wird das experimentell bestimmte Linienprofil der zu untersuchenden Probe und das einer Vergleichsprobe, die keine Linienverbreiterung infolge Kleinheit der Kristallite und Gitterverzerrungen aufweist, in eine *Fourier-Reihe*

<sup>1</sup> *R. E. Franklin*, Acta Cryst. [Kopenhagen] **4**, 253 (1951).

<sup>2</sup> *C. R. Houska* und *B. E. Warren*, J. appl. Phys. **25**, 1503 (1954).

<sup>3</sup> *J. Maire* und *J. Mehring*, Proc. 4th. Confer. on Carbon, Pergamon Press, 1960, S. 345.

<sup>4</sup> *B. E. Warren* und *B. L. Averbach*, J. appl. Phys. **21**, 595 (1950).

<sup>5</sup> *B. E. Warren* und *B. L. Averbach*, J. appl. Phys. **23**, 497 (1952).

<sup>6</sup> *B. E. Warren*, Progr. Metal Physics **8**, 147 (1959).

<sup>7</sup> *A. R. Stokes*, Proc. Physic. Soc. [London] **61**, 382 (1948).

entwickelt. Dabei erhält man die Koeffizienten der *Fourier*-Reihen für diese beiden Proben, aus denen die Koeffizienten  $A_n$  der *Fourier*-Reihe für das physikalische Linienprofil der zu untersuchenden Probe berechnet werden können ( $n$  = Harmonische der *Fourier*-Reihe).

Nach *Warren* und *Averbach* lassen sich die *Fourier*-Koeffizienten  $A_n(l)$  für die Reflexionsordnung  $l$  darstellen als Produkt zweier Koeffizienten, des Teilchengrößenkoeffizienten  $A_n^T$  und des Verzerrungskoeffizienten  $A_n^V(l)$ :

$$A_n(l) = A_n^T \cdot A_n^V(l), \quad (4)$$

wobei  $A_n^T$  von der Reflexionsordnung unabhängig,  $A_n^V(l)$  dagegen eine Funktion der Reflexionsordnung ist.

Der Teilchengrößenkoeffizient ist gegeben durch:

$$A_n^T = 1 - n/\bar{N}_c \quad (5)$$

( $n$  = Harmonische der *Fourier*-Reihe,  $\bar{N}_c$  = mittlere Zahl der Zellen im Kristallit in  $c$ -Richtung, siehe Abb. 1).

Für den Verzerrungskoeffizienten  $A_n^V(l)$  gilt die Beziehung

$$A_n^V(l) = \exp(-2\pi^2 l^2 \langle Z_n^2 \rangle), \quad (6)$$

wobei  $\langle Z_n^2 \rangle$  die mittlere quadratische Gitterverzerrung (mean square fractional displacement) in  $c$ -Richtung darstellt.

Unter der Gitterverzerrung  $Z_n$  versteht man die Längenänderung  $\Delta L$  einer aus  $n$  Zellen bestehenden Säule der Länge  $L$ , bezogen auf die Zellenhöhe  $a$  (vgl. hierzu Abb. 1).

Für die Gitterverzerrung  $Z_n$  gilt also:

$$Z_n = \frac{\Delta L}{a} \quad (7)$$

und für die Säulenlänge  $L$ :

$$L = n a. \quad (8)$$

Diese Methode zur Bestimmung der mittleren quadratischen Gitterverzerrung  $\langle Z_n^2 \rangle$  neben der mittleren Kristallitgröße  $\bar{L}_c$  in  $c$ -Richtung hat bisher nur beschränkte Anwendung auf Graphit gefunden. So diskutiert *J. C. Bowman*<sup>8</sup> am Beispiel eines graphitierten Petrolkokes die lineare Abhängigkeit der mittleren quadratischen Gitterverzerrungen von der betrachteten Säulenhöhe  $L$  in  $c$ -Richtung, während *O. S. Guentert* und *S. Cvikevich*<sup>9</sup> am Beispiel eines Pyrographits auf die Abweichung

<sup>8</sup> *J. C. Bowman*, Proc. 1st and 2nd Confer. on Carbon, University of Buffalo, 1956, S. 59.

<sup>9</sup> *O. S. Guentert* und *S. Cvikevich*, Proc. 5th Confer. on Carbon, Vol. I, Pergamon Press, 1962, S. 473.

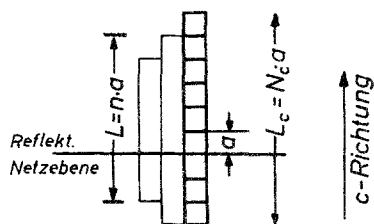


Abb. 1. Ausschnitt aus dem ebenen Modell eines Kristallits mit Unterteilung in Säulen; eine Säule ist in Zellen der Höhe  $a$  unterteilt (nach *A. Kochendörfer* und *U. Wolfstieg*<sup>12</sup>)

von der Linearität bei größeren Säulenhöhen der Kristallite hinweisen und daraus die Abhängigkeit der Verzerrungen der einzelnen Schichtlagen voneinander folgern. Von *Maire* und *Mehring*<sup>3</sup> wurde die Gitterverzerrung zu dem von ihnen definierten Graphitierungsgrad  $g$  in Beziehung gesetzt, jedoch ebenfalls nur an einem Beispiel (PVC-Koks).

Die eigenen Untersuchungen wurden mit der Zielsetzung unternommen, die Gitterverzerrung unterschiedlicher Kokse in verschiedenen Graphitierungsstadien zu bestimmen und zu prüfen, ob mit Hilfe dieser Kenngröße eine allgemein gültige Charakterisierung des Graphitierungsgrades möglich ist. Als Proben wurden vier verschiedene reine Kokse herangezogen. Die Proben 1 bis 3 gehören der Klasse graphitierender Kohlenstoffe an; es sind Petrolkokse, wie sie in der Kunstkohlentchnik als Rohstoffe Anwendung finden. Die Probe 4 dagegen besteht aus einem nicht graphitierenden, sogenannten „harten“ Koks. Eine nähere Kennzeichnung der Ausgangsmaterialien durch Mikrobilder und durch die physikalischen Eigenschaften der aus diesen Rohstoffen geformten Körper nach unterschiedlichen Graphitierungstemperaturen wurde von uns bereits gegeben<sup>10, 11</sup>.

Zur Charakterisierung der Proben wird in Abb. 2 a der Verlauf des mittleren Schichtebenenabstandes  $\bar{c}/2$  mit der Glühtemperatur wiedergegeben. Man erkennt daraus die Probe 1 als die am besten graphitierende.

Der von *Maire* und *Mehring* definierte Graphitierungsgrad  $g$  ist in Abb. 2 b als kennzeichnende Größe eingeführt; dieser weist einen ähnlichen Verlauf mit der Glühtemperatur auf wie der mittlere Schichtebenenabstand  $\bar{c}/2$ .

Die aus der Lage der Beugungsmaxima der (002)- und (004)-Interferenzen berechneten mittleren Schichtebenenabstände  $\bar{c}/2$  und die daraus abgeleiteten Graphitierungsgrade  $g$  erlauben praktisch keine Differenzierung zwischen den hochgraphitierten Proben. Die Aussagekraft dieser Größen wird ferner noch dadurch eingeengt, daß vor allem die gut graphitierten Anteile mit den geringsten Schichtebenenabständen die Lage der Beugungsmaxima bestimmen, während sich die schlecht graphitierten Anteile mit den größeren Schichtebenenabständen lediglich in einem Anheben der kleinwinkelseitigen Flanke der Beugungslinien auswirken, ohne die Lage der Maxima entscheidend zu beeinflussen. Die Analyse des Linienprofils sollte deshalb zu Aussagen führen, die nicht einer derartigen Begrenzung unterliegen.

---

<sup>10</sup> N. Christu, E. Fitzer und W. Fritz, Ber. dtsch. keram. Ges. **41**, Heft 2 (1964); vgl. auch Diskussionstagung der Deutschen Keramischen Gesellschaft „Keramische Werkstoffe bei hohen Temperaturen und Drücken“, Wiesbaden, September 1963.

<sup>11</sup> E. Fitzer, W. Fritz und A. Ragoss, 6th Confer. on Carbon, Pittsburgh, Juni 1963, Paper No. 52.

Die Linienprofile der (002)- und (004)-Interferenzen wurden nach dem Zählrohr-Goniometerverfahren (Szintillations-Zählrohr) mit *Bragg-Brentano*-Fokussierung unter Verwendung von monochromatischer Kupfer- $K\alpha$ -Strahlung aufgenommen. Die Präparation der Proben erfolgte stets unter denselben Bedingungen, vor allem mit gleichen Pulvermengen, um vergleichbare Intensitäten zu erhalten. Die apparative Linienverbreiterung wurde nach *Stokes*<sup>7</sup> unter Verwendung eines grobkristallinen, gut

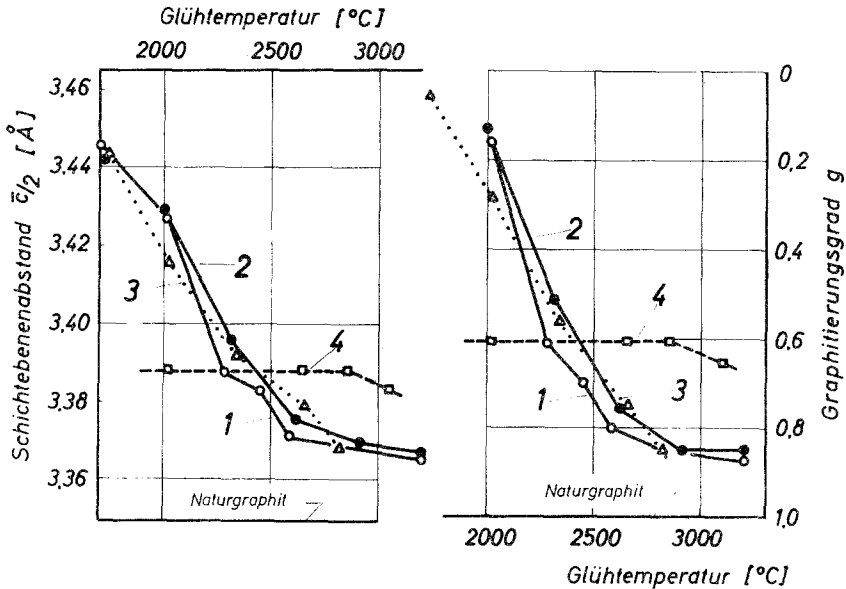


Abb. 2. a) (linke Bildseite) Mittlerer Schichtebenenabstand  $\bar{c}/2$  und b) (rechte Bildseite) Graphitierungsgrad  $g$  der Proben 1 bis 4 in Abhängigkeit von der Glühtemperatur

geordneten Ceylon-Flockennaturgraphits korrigiert. Die Auswertung erfolgte mit Hilfe von 120 Stützpunkten. Es stand uns die elektronische Rechenmaschine ZUSE 22 des Instituts für Angewandte Mathematik der TH Karlsruhe zur Verfügung.

In Abb. 3 sind die *Fourier*-Koeffizienten  $A_n$  (normiert auf  $A_0 = 1$ ) der (002)- und (004)-Beugungslinien von einer unserer Proben (Probe 2) als Funktion von  $n$  für Glühtemperaturen von 2300 und 3200°C als Beispiel dargestellt. Die Verschmälerung der Beugungslinien mit zunehmender Glühtemperatur der Graphitprobe kommt in dem langsameren Abfall der Koeffizienten für die höher geglühte Probe zum Ausdruck. Daß die Linienbreiten sowohl durch die Kristallitgrößen als auch durch Gitterverzerrungen bestimmt werden, erkennt man aus dem unterschiedlichen Verlauf der *Fourier*-Koeffizienten für die (002)- und die (004)-Beugungslinien. Wäre die physikalische Linienbreite ausschließlich durch die

Kristallitgröße bestimmt, müßten die *Fourier*-Koeffizienten dieser homologen Linien zusammenfallen.

Die rechnerische Auswertung ergibt nun direkt die mittleren quadratischen Gitterverzerrungen  $\langle Z_n^2 \rangle$  (mean square fractional displacements) für jede Harmonische  $n$ ; letztere ist gleich der Zahl der Zellen in der betrachteten Säule in der  $c$ -Richtung des Graphitkristalls, wobei sich die Zellenhöhe  $a$  aus dem gewählten *Fourier*-Intervall ergibt. Für unsere

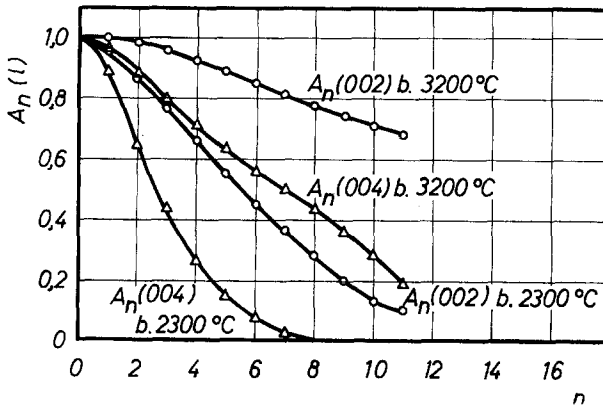


Abb. 3. *Fourier*-Koeffizienten  $A_n(l)$  der Linienprofile der (002)- und (004)-Bewungslinien von Probe 2 als Funktion der Harmonischen  $n$  der *Fourier*-Reihen für Glühtemperaturen von  $2300$  und  $3200^\circ\text{C}$

Auswertung beträgt  $a = 40 \text{ \AA}$  und die Gesamthöhe der betrachteten Säule  $L$  gemäß Gl. (8) somit  $n \cdot 40 [\text{ \AA}]$ .

Die mittleren quadratischen Gitterverzerrungen werden am besten als Funktion von  $n$  dargestellt, wie dies in Abb. 4 für jede der vier Proben nach den verschiedenen Glühbehandlungen erfolgt ist.

Solange die Verzerrungen unmittelbar benachbarter Zellen voneinander unabhängig sind, genügt  $\langle Z_n^2 \rangle$  der Beziehung

$$\langle Z_n^2 \rangle = n \langle Z_1^2 \rangle, \quad (9)$$

d. h.  $\langle Z_n^2 \rangle$  als Funktion von  $n$  müßte also eine Gerade ergeben. Man sieht, daß dies nur für kleine  $n$  annähernd der Fall ist. Mit zunehmendem Bereich der betrachteten Zellenanzahl (zunehmendem  $n$ ) weichen die Kurven in Abb. 4 jedoch stark vom geradlinigen Verlauf ab.

Es erhebt sich nun die Frage, ob diese Abweichung von der Linearität reelle Bedeutung hat. Hierzu sei auf die Voraussetzungen bei der Ableitung der Gl. (6) für den Verzerrungskoeffizienten  $A_n^V(l)$  nach *Warren* und *Averbach*<sup>4-6</sup> hingewiesen. So wurde für die Verzerrungen eine *Gauß*-Verteilung angenommen. Ferner gilt die Voraussetzung einer symmetrischen Verteilungsfunktion.

Eine *Gauß*-Verteilung der Verzerrungen liegt dann vor, wenn  $\ln A_n^V(l)$  als Funktion von  $n^2$  Gerade durch den Punkt  $\ln A_n^V = 0, n = 0$  mit  $l$  als Parameter ergibt. *Warren*<sup>6</sup> sowie *A. Kochendörfer* und *U. Wolf-*

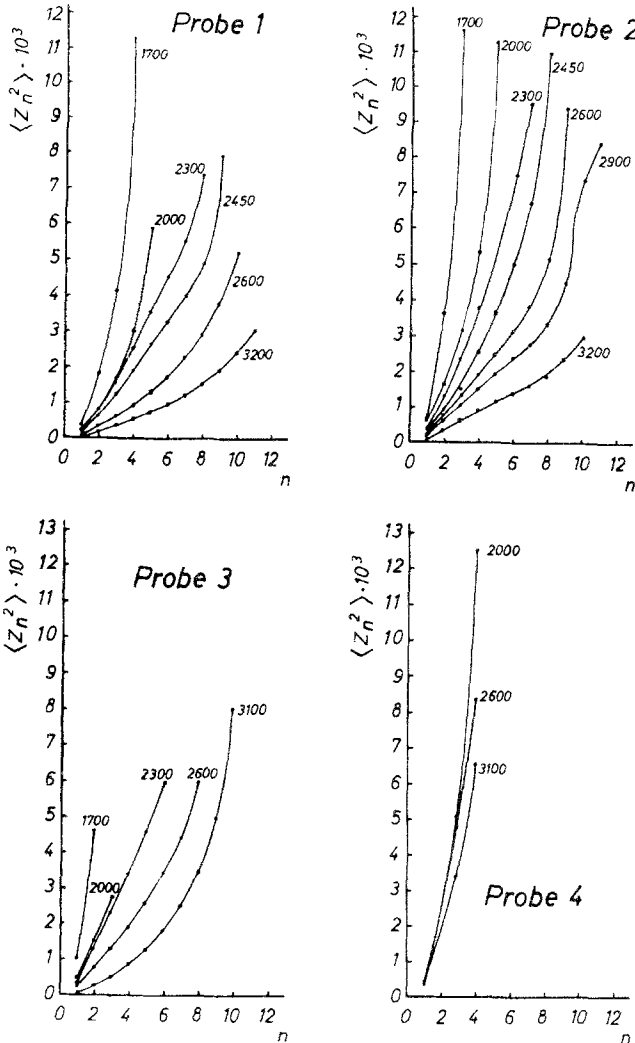


Abb. 4. Mittlere quadratische Gitterverzerrungen  $\langle Z_n^2 \rangle$  der Proben 1 bis 4 als Funktion der Harmonischen  $n$  der *Fourier*-Reihen für verschiedene Glühtemperaturen [°C]

*stieg*<sup>12</sup> haben jedoch gezeigt, daß sich für hinreichend kleine  $nl$  jede Verteilung bei einem endlichen Wert von  $\sqrt{\langle Z_n^2 \rangle}$  durch eine *Gauß*-Verteilung annähern läßt.

<sup>12</sup> *A. Kochendörfer* und *U. Wolfstieg*, *Z. Elektrochem.* **61**, 83 (1957).

In Abb. 5 sind die Werte für  $\ln A_n^V(2)$  aus den (002)-Interferenzen der Proben 1 bis 4 nach verschiedenen Glühtemperaturen als Funktion von

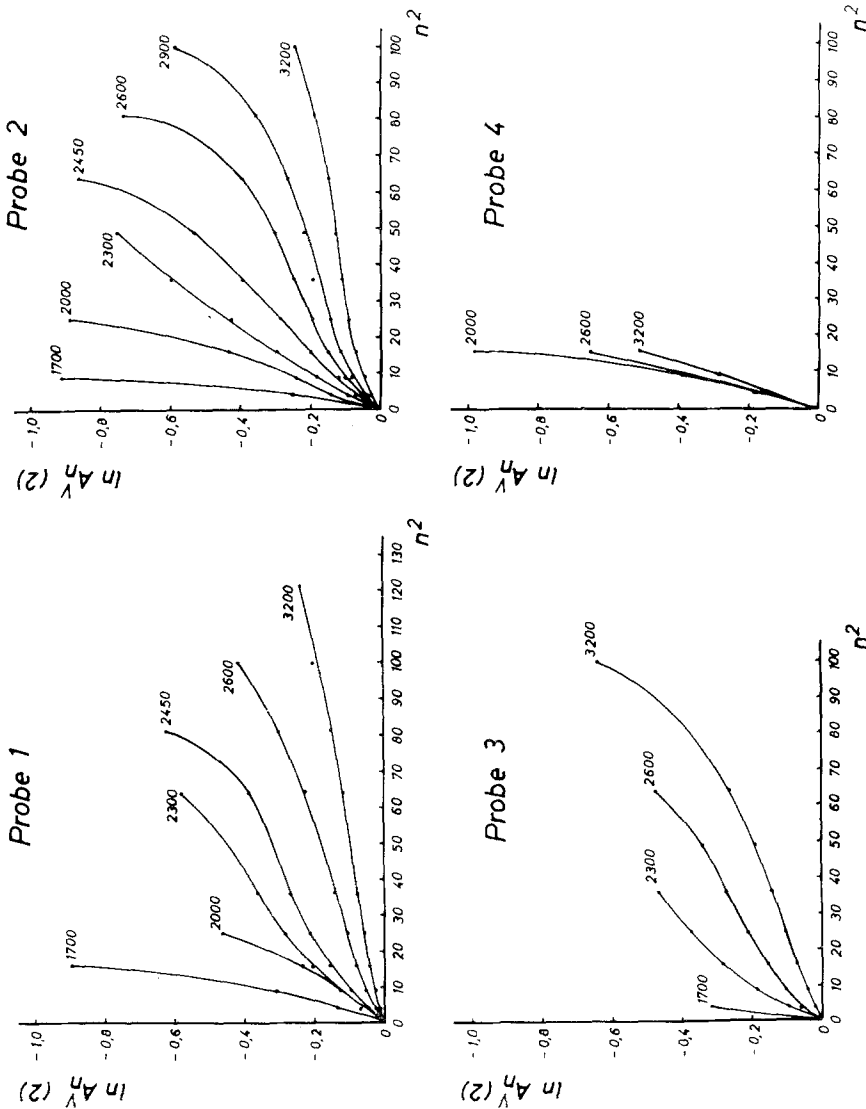


Abb. 5.  $\ln A_n^V(2)$  der Proben 1 bis 4 als Funktion von  $n^2$  ( $n$  = Harmonische der Fourier-Reihen) für verschiedene Glühtemperaturen [ $^{\circ}\text{C}$ ]

$n^2$  dargestellt. Man sieht daraus, daß die Bedingung für eine Gauß-Verteilung nur für begrenzte Werte von  $n^2$  erfüllt ist. Allgemein kann man sagen, daß bei geringen Glühtemperaturen die Voraussetzung einer Gauß-Verteilung der Gitterverzerrungen nur für  $n$ -Werte um 3, ent-



sprechend einer Säulenlänge von  $120 \text{ \AA}$ , erfüllt ist. Mit steigender Graphitierungstemperatur erstreckt sich der lineare Kurvenverlauf bis zu größeren Werten von  $n$ , so etwa bei der am besten graphitierten Probe 1 nach einer Graphitierung bei  $3200^\circ \text{ C}$  bis zu  $n = 11$ , entsprechend einer Säulenlänge von  $440 \text{ \AA}$ .

Auf Grund dieser Überlegungen kann man unschwer entscheiden, bis zu welchen Säulenlängen der in Abb. 4 gezeigte Verlauf der mittleren quadratischen Gitterverzerrungen  $\langle Z_n^2 \rangle$  reelle Bedeutung hat. So kann man zum Beispiel erkennen, daß dies für die bei  $3200^\circ \text{ C}$  graphitierte Probe 1 tatsächlich bei Säulenhöhen ab etwa  $200 \text{ \AA}$  nicht mehr zutrifft.

Abb. 4 zeigt, daß die mittlere quadratische Gitterverzerrung mit steigender Graphitierungstemperatur abnimmt, in Übereinstimmung mit allen bisher publizierten Arbeiten auf diesem Gebiet. Man erkennt weiter, daß sich die vier untersuchten Proben im Abbau ihrer Gitterverzerrungen quantitativ unterscheiden. Die am besten graphitierende Probe 1 erreicht nicht nur die niedrigsten Verzerrungswerte nach extremer Graphitierung, sondern weist auch im vorgraphitierten Stadium die geringsten Gitterverzerrungen auf. Es scheint sich der allgemeine Schluß anzubieten, daß die Gitterverzerrung im vorgraphitierten Stadium bereits eine Voraussage des erreichbaren Endzustandes nach der Graphitierung zuläßt.

Zur Prüfung dieser Frage sind in Abb. 6 vergleichbare mittlere quadratische Gitterverzerrungen in Abhängigkeit von der Glühtemperatur zusammengestellt. Als sicherste Basis für eine vergleichende Betrachtung erscheint die Gitterverzerrung für *eine* Zellenhöhe ( $n = 1$ ) wegen der besten Erfüllung der obenerwähnten Voraussetzungen. Man sieht aus Abb. 6, daß die vermutete Voraussagemöglichkeit der Gitterverzerrung im graphitierten Zustand aus der Gitterverzerrung der nicht graphitierten Proben keine Allgemeingültigkeit haben kann. Der Abbau der Verzerrungen in den Proben 1 und 2 ist wohl vergleichbar, völlig abweichend jedoch verhalten sich die Proben 3 und 4. Für die aus einem harten Koks bestehende Probe 4 ist das nicht weiter verwunderlich. Der Verlauf bei Probe 3 zeigt aber, daß auch innerhalb der Gruppe gut graphitierender Rohstoffe im Verlauf der Graphitierungsbehandlung innere Spannungen sehr unterschiedlich abgebaut werden; so sinkt  $\langle Z_1^2 \rangle$  bei Probe 3 allein im Temperaturbereich von  $1700$  bis  $2000^\circ \text{ C}$  um  $60\%$ . Die Gitterverzerrung scheint somit interessante Aussagen über den Verlauf der Graphitierung zu eröffnen, die über die Aussagen der mittleren Schichtebenenabstände hinausgehen.

Verfolgt man z. B. die Abnahme des mittleren Schichtebenenabstandes  $\bar{c}/2$  mit zunehmender Glühtemperatur (Abb. 2 a), so kommen die Unterschiede in der Graphitierbarkeit der einzelnen Proben nicht so deutlich zum Ausdruck. Die Anfangsschichtebenenabstände bei einer Glühtemperatur von  $1700^\circ \text{ C}$  der Proben 1 bis 3 sind nahezu gleich.

Mit zunehmender Glüh­temperatur zeigt Probe 1 gegenüber den anderen Proben wohl die stärkste Abnahme des mittleren Schichtebenenabstandes, ohne jedoch eine so klare Differenzierung gegenüber dem Verhalten der schlechter graphitierenden Probe 2 zu ermöglichen.

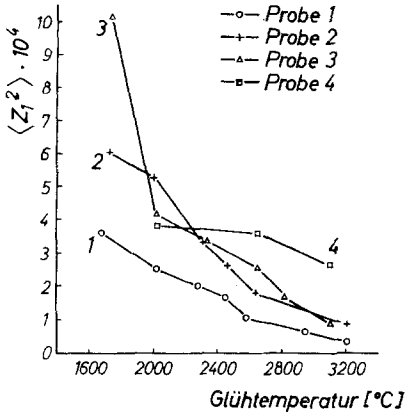


Abb. 6

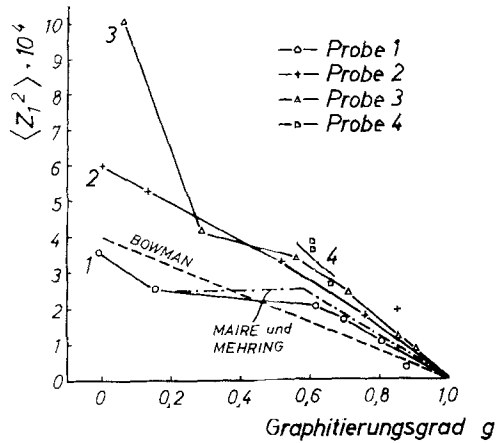


Abb. 7

Abb. 6. Abhängigkeit der mittleren quadratischen Gitterverzerrungen  $\langle Z_1^2 \rangle$  der Proben 1 bis 4 von der Glüh­temperatur

Abb. 7. Abhängigkeit der mittleren quadratischen Gitterverzerrungen  $\langle Z_1^2 \rangle$  der Proben 1 bis 4 vom Graphitierungsgrad  $g$

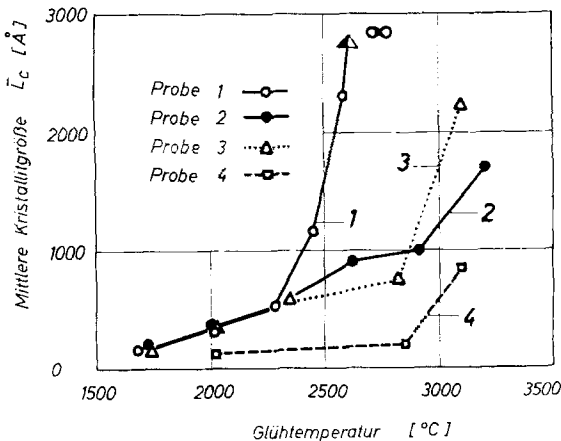


Abb. 8. Mittlere Kristallitgröße in  $c$ -Richtung ( $\bar{L}_c$ ) der Proben 1 bis 4 als Funktion der Glüh­temperatur

Die zusätzliche Aussagekraft der Gitterverzerrung muß sich also bei deren Darstellung gegen den Schichtebenenabstand oder eine aus diesem abgeleitete Kenngröße verdeutlichen lassen. In Abb. 7 haben wir hierfür den von *Maire* und *Mehring* eingeführten Graphitierungsgrad  $g$  als Ab-

szisse gewählt und wiederum  $\langle Z_1^2 \rangle$  als Ordinate aufgetragen. Die verfügbaren Literaturwerte, nämlich für einen Petrolkoks von *Bowman*<sup>8</sup> und einen PVC-Koks nach *Maire* und *Mehring*<sup>3</sup>, sind darin mit aufgenommen.

Aus Abb. 7 geht hervor, daß es Kokse gibt (unsere Probe 2 und Petrolkoks von *Bowman*), in welchen der Abbau der mittleren quadratischen Gitterverzerrungen  $\langle Z_1^2 \rangle$  proportional dem Graphitierungsgrad  $g$  ist. Weiter gibt es Kokse (unsere Probe 1 und PVC-Koks nach *Maire* und *Mehring*), die eine geringe Verzerrung vor der Graphitierung aufweisen und bei denen mit zunehmendem Graphitierungsgrad bis zu  $g$ -Werten von 0,55 — 0,65 kaum ein Abbau der Gitterverzerrungen erfolgt; erst bei weiterer Ausbildung der Ordnung tritt die bereits erwähnte Proportionalität auf. *Maire* und *Mehring* konnten zeigen, daß von diesem Knickpunkt an auch das Kristallitwachstum in  $a$ -Richtung einsetzt. Endlich können wir an unserer Probe 3 erkennen, daß es eine Rohstoffklasse gibt, bei welcher das Frühstadium der Graphitierung bis zu Graphitierungsgraden von etwa 0,3 mit dem Abbau extremer Verzerrungen gekoppelt ist. Der weitere Graphitierungsverlauf ähnelt dem der erwähnten zweiten Gruppe mit einem Knick bei  $g \approx 0,6$ .

Abschließend soll noch auf die zweite Aussage aus der Analyse des Linienprofils hingewiesen werden, nämlich auf die sogenannte mittlere Kristallitgröße in  $c$ -Richtung  $\bar{L}_c$ . In Abb. 8 ist  $\bar{L}_c$  als Funktion der Glüh-temperatur dargestellt. Man ersieht das stark unterschiedliche Verhalten im Kristallitwachstum der einzelnen Proben; damit ergibt diese Kenngröße eine sehr gute Differenzierung bei sehr hohen Graphitierungsgraden. Die Aussagefähigkeit dieser Feinstrukturkenngröße in bezug auf die physikalischen Korpereigenschaften ist von uns an anderer Stelle diskutiert worden<sup>10, 11, 13</sup>.

<sup>13</sup> *E. Fitzer* und *W. Fritz*, *Z. Metallkunde*, in Druck; vgl. auch Diskussions-tagung „Reaktorwerkstoffe“ der Deutschen Gesellschaft für Metallkunde und des Deutschen Atomforums e. V., Stuttgart, Dezember 1963.