

H. Schnarr

“Grain Size Determination on Austenitic Steels” – Joint Test Results provided by DGM Work Group “Sample Preparation”

„Korngrößenbestimmung an austenitischen Stählen“ – Ergebnisse eines Gemeinschaftsversuches des Arbeitskreises „Probenpräparation“ der DGM

Received: June 13, 2019

Accepted: June 18, 2019

Translation: V. Müller

Eingegangen: 13. Juni 2019

Angenommen: 18. Juni 2019

1. Introduction

Grain size is a key parameter in materials technology as it provides information on a material's mechanical-technological properties and those related to processing technology, among others. For this reason, grain size determination is a common part of metallographic examinations.

While grain size determination of ferrite in carbon steels in the normalized condition hardly creates any difficulties, high-alloy austenitic steels present a few particularities which need to be considered and which may affect the test result. Those particularities include the very good plasticity of austenite which may be reflected in the preparation result as well as twin formation which is a characteristic feature of such austenitic ma-

1. Einführung

Die Korngröße ist eine entscheidende werkstofftechnische Kenngröße, die u. a. Aussagen zu den mechanisch-technologischen und verarbeitungstechnischen Eigenschaften der Werkstoffe liefern kann. Damit ist die Prüfung der Korngröße ein gängiger Bestandteil metallographischer Untersuchungen.

Während bei Kohlenstoffstählen im normalisierten Zustand die Bestimmung der Ferritkorngröße kaum Schwierigkeiten bereitet, gibt es bei hochlegierten austenitischen Stählen einige Besonderheiten zu beachten, die unter Umständen Einfluss auf das Prüfergebnis haben können. Das betrifft zum Beispiel die sehr gute Verformungsfähigkeit des Austenits, die sich im Präparationsergebnis widerspiegeln kann, und auch die typische Zwillingsbildung, die ein cha-

Author:

Holger Schnarr Struers GmbH, Carl-Friedrich-Benz-Straße 5, 47877 Willich;
e-mail: holger.schnarr@struers.de

terials and may complicate an automated analysis.

The following work will present the results of the joint test "Grain size analysis on austenitic materials", carried out, documented and discussed by the DGM work group "Sample Preparation" from 12/2011 until 12/2012. Even though the results were already presented at the Metallography Conference in Friedrichshafen in 2013, they have not lost their relevance since.

2. Sample Material

The sample material was supplied by the Düsseldorf-based company Outokumpu Nirosta GmbH (Fig. 1). The cold-rolled and annealed austenitic materials 1.4301 and 1.4571 were used.

- Material 1.4301 (X5CrNi18–10): Samples named 1A, 3A, 5A or alternatively, 2A, 4A or 1E, 3E, 5E
- Material 1.4571 (X6CrNiMoTi17–12–2): Samples 11A, 13A, 15A or alternatively, 12A, 14A or 11E, 13E, 15E.

The numbers 1, 3, 5, 11, 13, 15 respectively 12 and 14 represent the batch numbers; the letters A and E indicate that the sample was taken from the beginning (A) or end (E) of the strip.

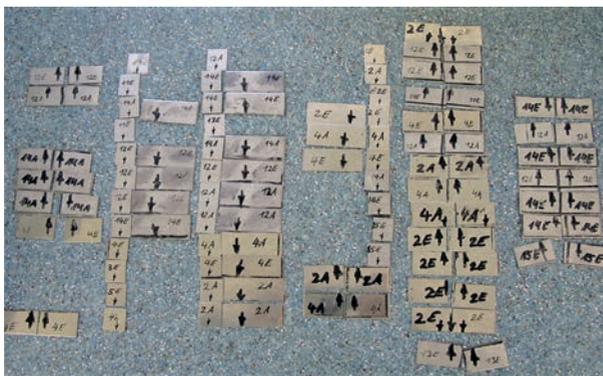


Fig. 1: Samples provided by Outokumpu Nirosta GmbH Düsseldorf.

Bild 1: Proben der Fa. Outokumpu Nirosta GmbH Düsseldorf.

rakteristisches Merkmal solcher austenitischer Werkstoffe ist und sich erschwerend auf die automatisierte Analyse auswirkt.

Im folgenden Artikel werden die Ergebnisse des Gemeinschaftsversuchs „Korngrößenbestimmung an austenitischen Werkstoffen“, den der AK „Präparation“ der DGM in der Zeit von 12/2011 bis 12/2012 durchgeführt hat, dokumentiert und diskutiert. Diese Ergebnisse wurden bereits auf der Metallographietagung 2013 in Friedrichshafen vorgestellt, haben aber an Aktualität nichts eingebüßt.

2. Versuchsmaterial

Das Versuchsmaterial wurde von der Outokumpu Nirosta GmbH in Düsseldorf bereitgestellt (Bild 1). Es handelte sich um die kaltgewalzten und geglühten austenitischen Werkstoffe 1.4301 und 1.4571.

- Werkstoff 1.4301 (X5CrNi18–10): Proben mit der Bezeichnung 1A, 3A, 5A oder alternativ 2A, 4A oder 1E, 3E, 5E
- Werkstoff 1.4571 (X6CrNiMoTi17–12–2): Proben 11A, 13A, 15A oder alternativ 12A, 14A oder 11E, 13E, 15E.

Die Zahlen 1, 3, 5, 11, 13, 15 bzw. 12 und 14 stehen für die jeweilige Charge; die Buchstaben A und E weisen darauf hin, dass die Probe vom Anfang (A) bzw. Ende (E) des Bandes genommen wurde.

3. Definition of Task

The experiment was aimed at determining the grain size of austenitic materials and subsequent comparison of the results against each other. DIN EN ISO 643 which includes portions of the ASTM E 112 standard were used as base for grain size determination. Furthermore, emphasis was placed on the examination of common preparation methods based on the DIN standard, provided that this standard made recommendations.

Both preparation and grain size determination method could be freely selected as the standard does not explicitly specify a method but instead, presents different possibilities. However, only samples taken from regions that are unaffected by heat and deformation are valid to use for metallographic preparation. Especially changes in grain size should be avoided by sampling process.

Both mechanical as well as electrolytic processing steps were suitable for preparation; with regard to grain size determination, the comparison procedure as well as the intercept or planimetric procedure could be used.

Analogous to standard specifications, the longest extension in deformation direction (longitudinal section) of the sample was selected for examination. For each sample and in compliance with the comparison procedure, at least 3 locations in this area were selected for grain size evaluation. For other procedures (using a camera and software), it is recommended to measure 10 locations on each sample in order to achieve statistically sufficient accuracy. The standard proposes magnifications of 75x and 100x. If those are not sufficient, other appropriate magnifications may be selected.

3. Aufgabenstellung

Das Ziel des Versuchs war die Bestimmung der Korngröße an austenitischen Werkstoffen und der Vergleich der Ergebnisse untereinander. Als Grundlage der Bestimmung diente die DIN EN ISO 643, die Teile der ASTM E 112 beinhaltet. Weiterhin stand die Sichtung gängiger Präparationsmethoden in Anlehnung an die DIN im Vordergrund, sofern dort Empfehlungen ausgesprochen wurden.

Die vorangehende Präparation und das Verfahren zur Bestimmung der Korngröße waren frei wählbar; diese werden in der Norm auch nicht explizit vorgegeben, sondern es werden Möglichkeiten aufgezeigt. Bei der Präparation sind jedoch nur Proben zugelassen, die außerhalb von durch Wärme und Verformung beeinflussten Bereichen liegen. Damit sollen Veränderungen der Korngröße speziell durch die Probennahme ausgeschlossen werden.

Bei der Präparation waren mechanische und elektrolytische Bearbeitungsschritte möglich; bzgl. der Korngrößenbestimmung konnten sowohl Vergleichsverfahren als auch Linienschnitt- oder Flächenauszahlverfahren eingesetzt werden.

Analog zur Normvorgabe wurde am Probenmaterial die längste Ausdehnung in Verformungsrichtung (Längsschliff) als Untersuchungsfläche festgelegt. Von dieser Fläche wurden im Minimum 3 Stellen nach dem Vergleichsverfahren pro Probe für die Beurteilung/ Bestimmung der Korngröße herangezogen. Bei Nutzung eines anderen Verfahrens (mit Hilfe von Kamera und Software) sollten 10 Stellen pro Probe vermessen werden, um statistisch ausreichende Genauigkeit zu erlangen. In der Norm werden Vergrößerungen von 75x und 100x als Standard vorgeschlagen. Sollten diese nicht ausreichen, sind entsprechende abweichende Vergrößerungen zu wählen.

4. Experimental

4.1 Mechanical Preparation

The samples were pre-cut and distributed to the participants. In cases where the samples required further cutting to smaller sizes, all participants used wet abrasive cut-off machines. One experimenter used electrical discharge machining for cutting, another used a handsaw. Shearing off was not permitted as it would have caused stronger deformations on the sheared edges, i. e. it had to be ensured that the measurements were performed outside the deformed shear zone. Also in the case of electrical discharge machining – a thermal separation process – it is imperative to comply with the standard specifications.

For further processing, most participants mounted the samples. Mounting was carried out using cold mounting (epoxy resins; acrylic resins or polyester resins) or hot mounting process, where a mounting press is needed. (Fig. 2). For hot mounting, epoxy resins as well as acrylic and phenolic resins (partly containing conductive fillers) were used.

The next processing step was wet grinding of the samples using grinding paper / grinding foil, grit 80 and in some cases up to grit 4000. One participant used a diamond grinding disc for plane grinding. However, coarse grit sizes are disadvantageous as they create stronger deformations in the

4. Versuchsdurchführung

4.1 Mechanische Präparation

Die Proben wurden vorgetrennt an die Teilnehmer verteilt. Sofern die Proben weiter passend zugeschnitten wurden, verwendeten die Teilnehmer Nassstrennschleifmaschinen. Ein Teilnehmer trennte mit funkenerosivem Verfahren, ein weiterer mit einer Handsäge. Abscheren war aufgrund höherer Verformungen an den Scherkanten nicht zulässig bzw. es musste sichergestellt sein, dass die Messungen außerhalb des verformten Scherbereichs lagen. Auch bezogen auf das funkenerosive Verfahren als thermisches Trennverfahren ist die Normvorgabe unbedingt einzuhalten.

Zur weiteren Bearbeitung wurden die Proben von den Teilnehmern meist eingebettet. Das Einbetten erfolgte entweder kalt (Epoxidharze; Acrylharze oder Polyesterharze) oder warm in einer Einbettpresse (Bild 2). Als Warmeinbettmittel wurden sowohl Epoxidharze als auch Acryl- und Phenolharze (z. T. mit leitfähigen Füllstoffen) verwendet.

In der weiteren Bearbeitung wurden die Proben mit Nassschleifpapier/ Nassschleifolie in den Körnungen 80 bis vereinzelt zur Körnung 4000 geschliffen. Ebenso kam bei einem Teilnehmer eine Diamantschleifscheibe für den Planschleifvorgang zum Einsatz. Sehr grobe Körnungen haben allerdings den Nachteil, wieder stärkere

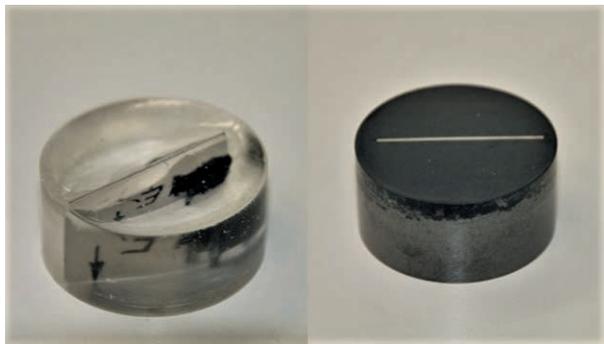


Fig. 2: Cold mounted sample in epoxy (left) and hot mounted sheet in conductive resin (right).

Bild 2: In Epoxidharz kalt eingebettete Blechprobe (links) und in leitfähigem Harz warm eingebettetes Stahlblech (rechts).

material than were present after sectioning. As coarseness and deformation depth are already low after wet abrasive cutting, grinding with silicon carbide grinding paper or foil, grit 220, is usually sufficient for plane grinding unless a high removal rate is required.

For fine grinding and pre-polishing steps, diamond suspensions with particle sizes 15...6 µm were used on mostly hard plastic discs or cloths.

For final polishing (diamond 3...1 µm), cloths with different hardness levels were used and in some cases soft woven/ medium-nap cloths. For the final polishing step, most participants used colloidal SiO₂ on neoprene cloths; one experimenter used alumina.

Some preparation sequences included up to 7 grinding and polishing steps, resulting in a time-consuming process.

All preparation methods are outlined in Tab. 1.

Based on the review and examination of the results, the following universal method for mechanical preparation is proposed:

1. Cutting using alumina cut-off wheels (wet abrasive cutting) with higher bonding-strength
2. Mounting in hard epoxy resin with low gap formation (cold mounting) or epoxy resins containing mineral fillers (hot mounting); if necessary, a conductive resin should be added for further electrolytic processing
3. Plane grinding using silicon carbide abrasive paper, SiC foil or a low bonding-strength diamond grinding disc (grit 220 or 320); time < 2 min; it must be ensured that any visible damage caused by sectioning is removed; the best method will be the visual inspection of the surface

Verformungen in den Werkstoff einzubringen, als nach dem Trennschnitt vorlagen. Da die Rauheit und die Verformungstiefe nach dem Nasstrennschleifen aber schon auf einem niedrigen Niveau liegen, genügt als Planschleifschritt meist ein Schleifen mit Siliziumkarbid-Papier oder Folie der Körnung 220, es sei denn, dass ein hoher Abtragswert gefordert ist.

Für die Feinschleif- und Vorpoliervorgänge wurden Diamantsuspensionen in den Korngrößen 15...6 µm auf meist harten Kunststoff-scheiben oder Tüchern verwendet.

Für das Endpolieren (Diamant 3...1 µm) wurden verschiedenen harte Tücher und teilweise weiche gewebe/ mittelflorige Tücher genutzt. Sehr häufig wurde für den letzten Polierschritt kolloidales SiO₂ auf Neoprentüchern eingesetzt; ein Teilnehmer verwendete Tonerde.

Einige Präparationsfolgen wiesen damit bis zu 7 Schleif- und Polierschritte auf, was einen sehr aufwändigen Prozess darstellte.

Alle Präparationsmethoden sind in Tab. 1 zusammengefasst.

Für die mechanische Präparation wurde auf Basis der Ergebnissichtung zusammenfassend folgende allgemeingültige Methode vorgeschlagen:

1. Trennen mit härter gebundenen Aluminiumoxid-Trennscheiben (Nasstrennschleifen)
2. Einbetten in harten spaltarmen Epoxidharzen (Kaltinbetten) oder mineralfüllstoffhaltigen Epoxidharzen (Warmeinbetten); ggf. mit Auffüllung eines leitfähigen Harzes für eine elektrolytische Weiterbearbeitung
3. Planschleifen mit Siliziumkarbid-Papier, SiC-Folie oder weich gebundener Diamantschleifscheibe (Körnung 220 oder 320); Zeit < 2 min; dabei ist sicherzustellen, dass alle sichtbaren Schädigungen des Trennschnittes beseitigt werden, was am einfachsten über eine Sichtprüfung der Oberfläche gewährleistet wird

Participant / Teilnehmer	Cutting / Trennen	Mounting / Einbetten	Polishing/Grinding: Mechanical SiC = silicon carbide; D = diamond / Schleifen/Polieren: mechanisch SiC = Siliziumkarbid; D = Diamant	Polishing: Electrolytic / Polieren: Elektrolytisch	Etching: Wet-chemical / Ätzen: nasschemisch	Etching: Electrolytic / Ätzen: elektrolytisch
1	Wet abrasive cutting SiC / Nassstrennschleifen SiC	-	SiC 220/ 320/ 500/ 800	A2/ 40V / 18s		HNO ₃ :H ₂ O = 1:1 / 1...1.5V/ 15...20s
2	Electrical discharge machining / Funkenerosiv	1. Epoxy resin cold / 1. Epoxidharz kalt 2. Clamp (Aluminium) / 2. Klammer (Alu)	SiC 320...1200/ D1 µm/ SiO ₂ SiC 80...1200	A2/ 40V/ 20s		HNO ₃ :H ₂ O = 1:1/ 2.5V/ 60s
3	Hand saw / Handsäge	Cold mounting / Kalteinbettung	SiC 320/ SiC 600/ D 9 µm/ D 3 µm/ D 1 µm/ SiO ₂	A2/ 40V/ 4s		HNO ₃ , 60% in water
4	Wet abrasive cutting SiC / Nassstrennschleifen SiC	No mounting; sheet metal bundle / Ohne Einbettung; Blechstapel	SiC 320/ SiC 1200 / D 3 µm/ SiO ₂			HNO ₃ :H ₂ O = 60:40 / 1.5V/ 90s
5	Wet abrasive cutting SiC/ vertical movement cut / Nassstrennschleifen SiC/ Kappschnitt	Epoxy resin + conductive filler / Epoxidharz + leitfähiger Füllstoff	SiC 320/ 1200/ D 3 µm/ SiO ₂			HNO ₃ :H ₂ O = 1:1/ 1.5...2V/ 45...70s
6	Wet abrasive cutting SiC/ vertical movement cut / Nassstrennschleifen SiC/ Kappschnitt	Epoxy resin warm / Epoxidharz warm			Etching with V2A etchant alternated with polishing / V2A-Beize im Wechsel mit Polieren	
7	Wet abrasive cutting SiC / Nassstrennschleifen SiC	Epoxy resin warm + conductive acrylic resin / Epoxidharz warm + leitfähiges Acrylat	SiC 220/ 500/ 800/ 1200/ 2400/ D 3 µm/ D 1 µm		Etching with V2A etchant alternated with polishing / V2A-Beize im Wechsel mit Polieren	
8	Precision cutting / Wet abrasive cutting SiC / Präzisionstrennen/ Nassstrennschleifen SiC	Epoxy resin warm / Epoxidharz warm	SiC 400/ D 6 µm/ D 3 µm/ D 1 µm/ SiO ₂		V2A etchant / V2A-Beize	
9	-	Epoxy resin warm / Epoxidharz warm	D 220/ D 15/6/3/1µm/ Alumina / Tonerde		V2A etchant / V2A-Beize	
10	No data on sample preparation provided / Keine Daten zur Präparation vorliegend				V2A etchant / V2A-Beize	

Tab. 1: Präparationsmethoden der Teilnehmer.

Tab. 1: Preparation methods used by the participants in the joint experiment.

4. Fine polishing on hard cloths/resin based fine grinding discs using diamond suspension 9 μm ; time > 5 min
5. Diamond polishing on hard synthetic cloths using diamond suspension 3 μm ; time > 5 min
6. Option: Diamond polishing step on short-nap synthetic cloth using diamond suspension, 1 or $\frac{1}{4}$ μm ; time < 5 min, use low pressure
7. Alternative or additional step: oxide polishing step using colloidal silica polishing suspension on neoprene cloth; time < 2 min; use low pressure

4.2 Electrolytic Preparation

Three participants used electrolytic polishing for sample preparation. In this case, the samples were mounted in conductive hot-mount (acrylic resin with iron filler) or were electrolytically polished without mounting immediately after one or several short grinding processes (grits 220/320 and 800/1200). One approach was, for example, to clamp the metal sheets in bundles which increased the support area and slightly reduced edge rounding of the inner sheets (Fig. 3). The advantage of this

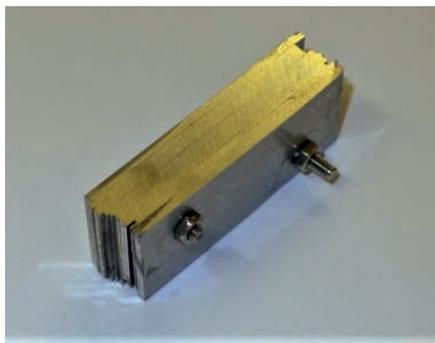


Fig. 3: Clamped sheet metal bundle for electrolytic preparation.

Bild 3: Zusammenfassung von Blechen in einem Stapel zur elektrolytischen Präparation.

4. Feinschleifen auf harten Tüchern/ Kunststoffscheiben mit Diamantsuspension 9 μm ; Zeit > 5 min
5. Diamantpolieren auf harten Kunstfasertüchern mit Diamantsuspension 3 μm ; Zeit > 5 min
6. Optional: Diamantpolierschritt auf kurzflorigem Kunstfasertuch mit 1 oder $\frac{1}{4}$ μm Diamantsuspension; Zeit < 5 min; wenig Druck
7. Alternativ oder auch als zusätzlicher Schritt: Oxidpolierschritt mit kolloidaler Siliziumdioxid-Poliersuspension auf Neopren-Tuch; Zeit < 2 min; wenig Druck

4.2 Elektrolytische Präparation

3 Teilnehmer setzten elektrolytische Polierverfahren zur Präparation ein. Dabei wurden die Proben entweder leitfähig warm eingebettet (eisenfüllstoffhaltiges Akrylharz) oder ohne jegliche Einbettung direkt nach einem oder mehreren kurzen Schleifvorgängen (Körnung 220/320 und 800/1200) elektrolytisch poliert. Eine Möglichkeit war beispielsweise das Zusammenfassen der Bleche in Stapeln, was die Auflagefläche vergrößerte und Kantenabrundung an den innen liegenden Blechen etwas reduzierte (Bild 3). Hier hatte man den Vorteil,



Fig. 4: Sheet metal bundle on electrolytic polishing device.

Bild 4: Blechstapel auf der elektrolytischen Poliervorrichtung.

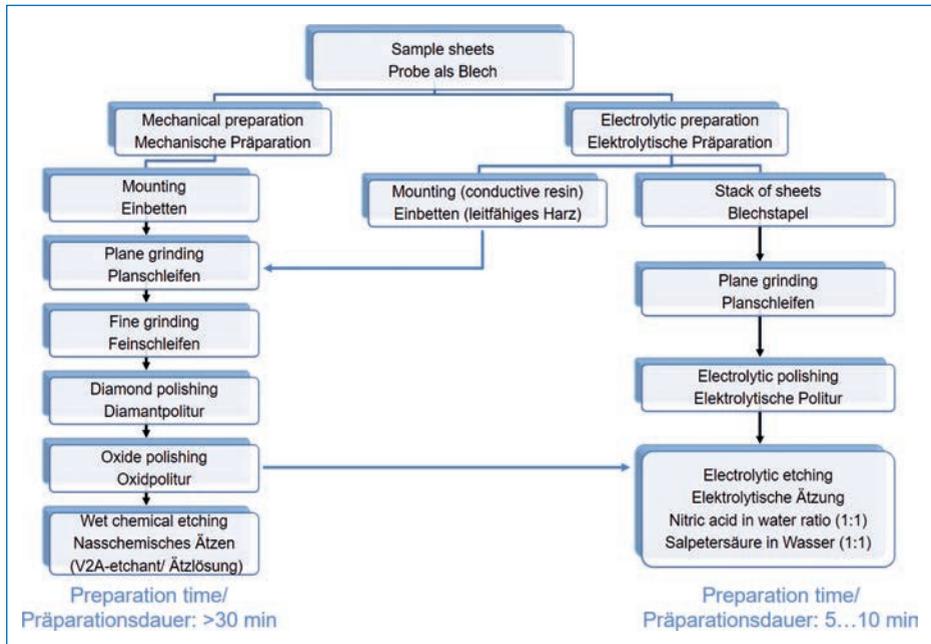


Fig. 5: Comparison of the time spent on mechanical and electrolytic preparation.

Bild 5: Zeitaufwand der mechanischen und elektrolytischen Präparation im Vergleich.

method is that it enabled a deformation-free preparation of many samples with a minimum time expenditure. The only deformation that occurred was caused by the initial grinding steps. This deformation, however, could be sufficiently removed by subsequent electrolytic polishing (Fig. 4). Fig. 5 shows schematically how time-saving this method can be.

Compared to the mechanically polished surface, the planeness of the electrolytically polished one is usually poorer, a fact that may have a detrimental effect on automated grain size determination. This is why the pretreatment chosen for this experiment (grinding or polishing steps) has a major effect on the planeness of the electrolytically polished samples. In addition, possible non-metallic or intermetallic inclusions may be

dass in einer relativ kurzen Zeit viele Proben mit einem minimalen zeitlichen Aufwand verformungsfrei präpariert werden konnten. Die einzige Verformung wurde dabei durch die vorangegangenen Anschleifvorgänge eingebracht, welche im nachfolgenden elektrolytischen Polierprozess (Bild 4) ausreichend abgebaut werden konnte. Bild 5 zeigt schematisch, welchen Zeitgewinn man unter Einsatz dieses Verfahrens erzielen kann.

Die Ebenheit der elektrolytisch polierten gegenüber der mechanisch polierten Fläche ist fast immer schlechter, was bei der automatischen Korngrößenanalyse einen störenden Einfluss haben kann. Deshalb hat hier die gewählte Vorbehandlung (Schleif- oder Polierschritte) einen großen Einfluss auf die Ebenheit der elektrolytisch polierten Proben. Weiterhin werden u.U. nichtmetallische oder intermetallische Einschlüsse herauspoliert oder treten als

polished out or they appear as spots in the microstructure in case the polishing properties differ considerably from the matrix. For the austenitic steels used in this experiment, such occurrences were almost negligible due to the composition of the materials. In most cases, the electrolyte used for polishing was dilute alcoholic perchloric acid.

4.3 Etching

After the actual preparation (mechanical or electrolytic polishing), the samples were etched in order to enable grain size determination. There are 2 primary ways to achieve this: the first is wet chemical etching using V2A etchant and the second is electrolytic etching using aqueous nitric acid (mixing ratio 1 : 1, Figs. 6 and 7). Other etching techniques (Marble, Kalling) as well as thermal etching techniques did not yield usable results.

A downside of the V2A etchant is that etching has to take place at higher temperatures. Otherwise, the etching process will occur too slowly or not start at all. Therefore, etching must take place in a well-ventilated



Fig. 6: Electrolytic etching of the mounted samples using the "tip" procedure (non-conductive mounting resin works as insulator to cathode, which is the bowl = container).

Bild 6: Elektrolytische Ätzung der eingebetteten Proben nach der „Tip“-Methode (nicht leitfähiges Einbettmittel dient als Isolator zur Kathode, welches der Becher ist).

Erhebung im Gefüge auf, wenn das Polierverhalten sich stark von der Matrix unterscheidet. Bei den hier verwendeten austenitischen Stählen konnten aufgrund der Zusammensetzung der Werkstoffe solche Erscheinungen weitestgehend vernachlässigt werden. Als Elektrolyt zum Polieren wird meist eine verdünnte alkoholische Perchlorsäure eingesetzt.

4.3 Ätzung

Nach der eigentlichen Präparation (mechanische oder elektrolytische Politur) wurden die Proben entsprechend auf die Korngröße geätzt. Das wurde hauptsächlich auf 2 verschiedenen Wegen realisiert: einerseits mittels nasschemischer Ätzung in V2A-Beize und andererseits elektrolytisch mit wässriger Salpetersäure (Mischungsverhältnis 1 : 1, Bilder 6 und 7). Weitere Ätzverfahren (Marble, Kalling) oder auch thermische Ätzmethoden brachten keine auswertbaren Ergebnisse.

Nachteil der V2A-Beize-Ätzung ist, dass bei höheren Temperaturen geätzt werden muss, da sonst der Ätzprozess zu langsam abläuft oder erst gar nicht startet. Das wiederum bedeutet eine notwendige aktive Absaugung



Fig. 7: Electrolytic etching of sheet metal bundle without mounting of the samples using the "dip" procedure.

Bild 7: Elektrolytische Ätzung im Blechstapel ohne Einbettung der Proben nach der „Dip“-Methode.

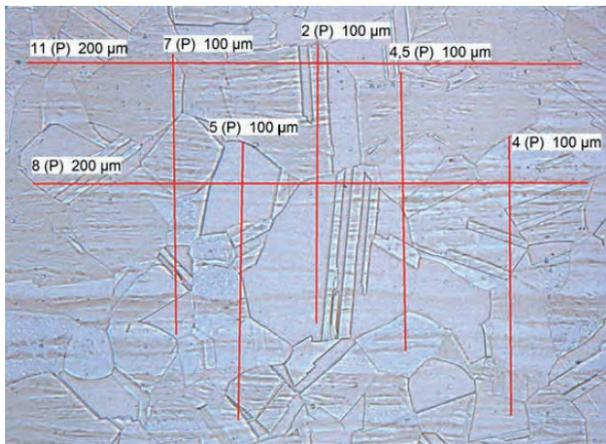


Fig. 8: Grain size determination on the metallographic specimen after etching with V2A etchant.

Bild 8: Korngrößenbestimmung am Schliff nach Ätzung in V2A-Beize.

area or an active ventilation device must be used. In general, all etching processes should be carried out in actively ventilated spaces or under a fume hood.

One advantage of electrolytic preparation is that the same technique can be used for polishing and subsequent etching. However, different electrolytes need to be chosen depending on the material and the aim of the analysis. The following electrolytes are suitable for etching austenitic steels: 10%

oder gute Belüftung. Generell sollten jedoch alle Ätzverfahren in aktiv belüfteten Räumen oder einem Abzug durchgeführt werden.

Ein Vorteil der elektrolytischen Präparation besteht darin, dass direkt im Anschluss an die Politur mit dem gleichen Verfahren geätzt werden kann, wobei je nach Werkstoff und Untersuchungsziel der Elektrolyt variieren muss. Für austenitische Stähle kommen folgende Elektrolyten zum Ätzen in Betracht: 10%ige

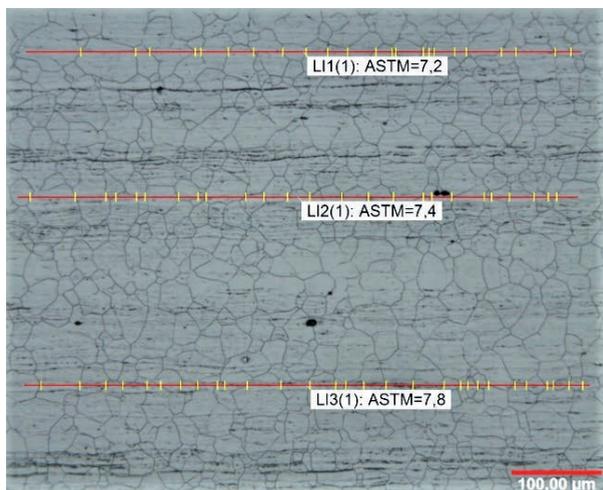


Fig. 9: Grain size determination on steel 1.4301 (Sample 3A) after electrolytic etching using aqueous nitric acid.

Bild 9: Korngrößenbestimmung am Stahl 1.4301 (Probe 3A) nach elektrolytischer Ätzung in wässriger Salpetersäure.

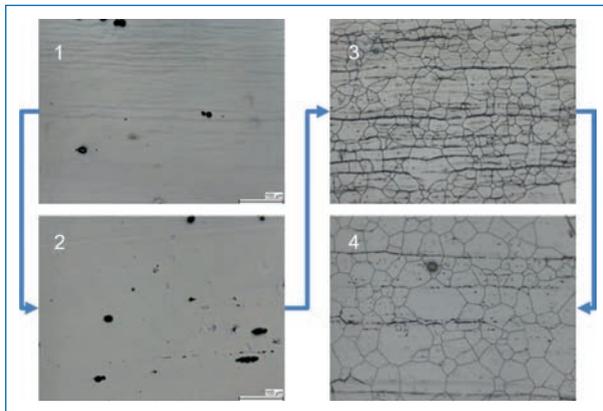


Fig. 10: Parameter optimization of electrolytic preparation for optimal imaging (optimization of polishing parameters 1–2 followed by adjustment of etching parameters 3–4).

Bild 10: Parameteroptimierung für die elektrolytische Präparation zur optimalen Bilddarstellung (Optimierung der Polierparameter 1–2 und anschließende Anpassung der Ätzparameter 3–4).

aqueous oxalic acid or aqueous nitric acid, approx. 50%.

An automated evaluation after etching with V2A etchant or oxalic acid was not possible or possible to a limited extent only due to the interfering influence of twins. In this case, a manual evaluation was required (Fig. 8). Electrolytic etching using aqueous nitric acid only attacked the grain boundaries and not the twin boundaries (Fig. 9), meaning that an automated evaluation was very easy to perform.

In the case of electrolytic preparation, it is generally advisable to adjust the polishing parameters (polishing voltage, flow rate or pump speed, polishing time) to the subsequent etching process (Fig. 10). First, adjustments should be made so as to optimize the polishing parameters (steps 1–2 in Fig. 10; prolonged polishing time). After that, the quality of the etching process should be evaluated accordingly (steps 3–4, different polishing voltage).

5. Grain Size Evaluation

The main procedures used for grain size determination directly at the microscope were the intercept procedure using horizontal/vertical and diagonal measurement lines

wässrige Oxalsäure oder ca. 50%ige wässrige Salpetersäure.

Während eine automatische Auswertung nach der Ätzung mit V2A-Beize oder Oxalsäure aufgrund des störenden Einflusses von Zwillingen nicht oder nur eingeschränkt möglich war und manuell ausgewertet werden musste (Bild 8), griff die elektrolytische Ätzung in wässriger Salpetersäure nur die Korngrenzen, nicht aber die Zwillingsgrenzen an (Bild 9). Damit war eine automatische Auswertung sehr einfach zu realisieren.

Es empfiehlt es sich für die elektrolytische Präparation generell, die Parameter der Politur (Polierspannung, Flussrate bzw. Pumpgeschwindigkeit, Polierzeit) als auch der späteren Ätzung anzupassen (Bild 10). Diese Anpassung sollte so erfolgen, dass zuerst die Polierparameter optimiert werden (Schritt 1–2 in Bild 10; Verlängerung der Polierzeit), und danach die Qualität der Ätzung beurteilt wird (Schritt 3–4, Variation der Ätzspannung).

5. Auswertung der Korngrößen

Für die Auswertung der Korngrößen wurden hauptsächlich Linienschnittverfahren horizontal/vertikal und diagonal sowie das Vergleichsverfahren anhand von Richtreihen

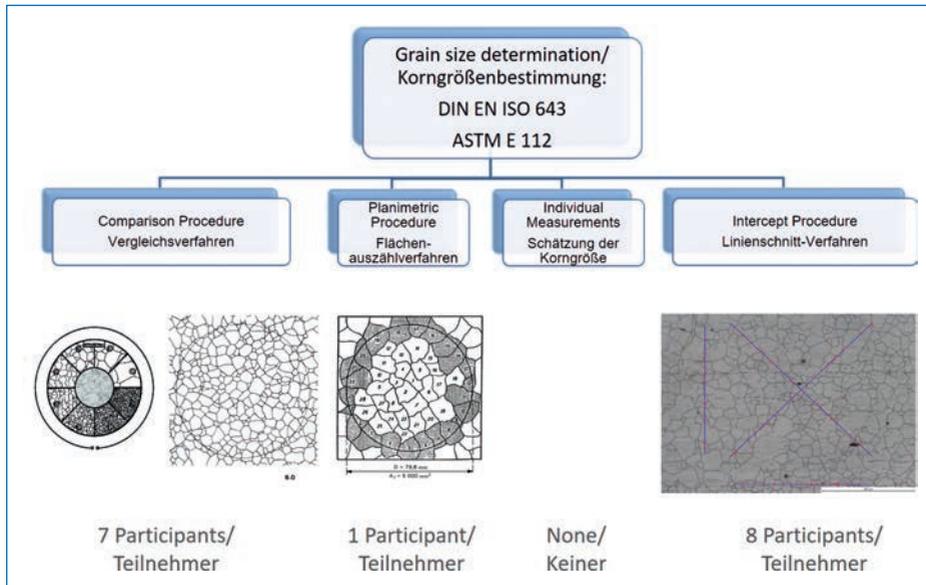


Fig. 11: Methods for grain size measurement used by the experimenters in the Round Robin test.

Bild 11: Methoden zur Messung der Korngrößen durch die Teilnehmer am Gemeinschaftsversuch.

as well as the comparison procedure using reference charts. Due to the fine grains in the sample sheets, the standard magnifications of $100\times$ and $75\times$ were not sufficient. Magnifications of $200\times$ ($20\times$ lens) and $500\times$ ($50\times$ lens) on the microscope were required. The number of measurements per sample ranged from a minimum of three to a maximum of 10 measuring fields. Fig. 11 shows schematically which measurement method was used by which participant.

6. Results

In a joint experiment, one single electrolytically prepared sample (3A) was used to determine the variations resulting from intercept and comparison procedure. When the same procedure is applied, grain size will vary by up to one grain size number (grain size 7–8). On the basis of all mean measurement values, the comparison procedure

direkt am Mikroskop eingesetzt. Aufgrund des feinen Kornes der Probenbleche reichten die Vergrößerungs-Normvorgaben von $100\times$ bzw. $75\times$ nicht aus. Deshalb wurden als Vergrößerungen am Mikroskop jeweils $200\times$ (Objektiv $20\times$) und $500\times$ (Objektiv $50\times$) gewählt. Die Anzahl der Messungen je Probe lag zwischen mindestens 3 und maximal 10 Messfeldern. Bild 11 zeigt schematisch, welche Messverfahren von den Teilnehmern eingesetzt wurden.

6. Ergebnisse

Anhand einer einzelnen elektrolytisch präparierten Probe (3A) wurden im Gemeinschaftsversuch die Abweichungen zwischen Linienschnitt- und Vergleichsverfahren bestimmt. Die Korngröße variiert bei gleichem Verfahren um bis zu einer Kornnummer (Korngröße 7–8). Legt man die Mittelwerte aller Messungen zugrunde, so erhält man

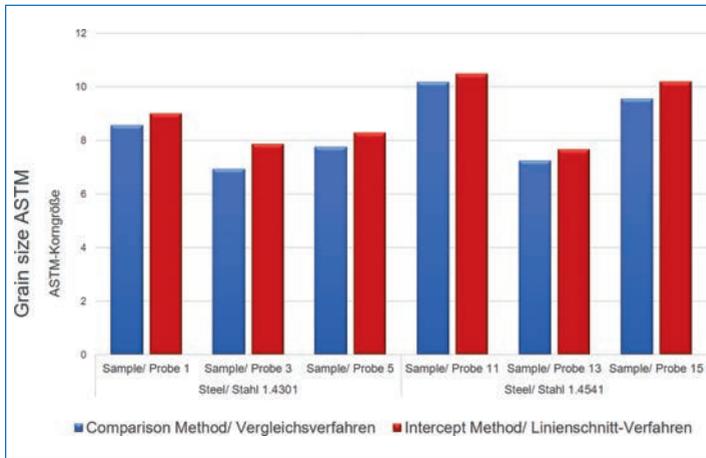


Fig. 12: Comparison of mean grain size measurement values of each sample obtained by comparison and intercept procedures.

Bild 12: Vergleich der Mittelwerte aller Korngrößenmessungen der jeweiligen Proben nach dem Vergleichs- und Linienschnittverfahren.

(and the subjective influence of the person which measures) has a tendency to establish a slightly lower ASTM grain size number, meaning coarser grains. This tendency, however, is negligible (Fig. 12).

Comparison of the grain size results after etching with V2A etchant and after electrolytic etching revealed, against all expectations, that the measurement of the sample which was electrolytically etched using aqueous nitric acid yielded a higher ASTM grain size number (meaning finer grains) than the

nach dem Vergleichsverfahren (mit dem subjektiver Einfluss des Messenden) eine Tendenz zu einer etwas geringeren Kornzahl und damit größeren Korn, welche jedoch vernachlässigbar ist (Bild 12).

Im Vergleich der Korngrößenergebnisse, die man nach der Ätzung in V2A-Beize und nach der elektrolytischen Ätzung erhielt, fiel entgegen den Erwartungen auf, dass die Messung der elektrolytisch mit wässriger Salpetersäure geätzten Probe eine höhere Kornzahl (und damit ein feineres Korn) als nach der V2A-Ät-

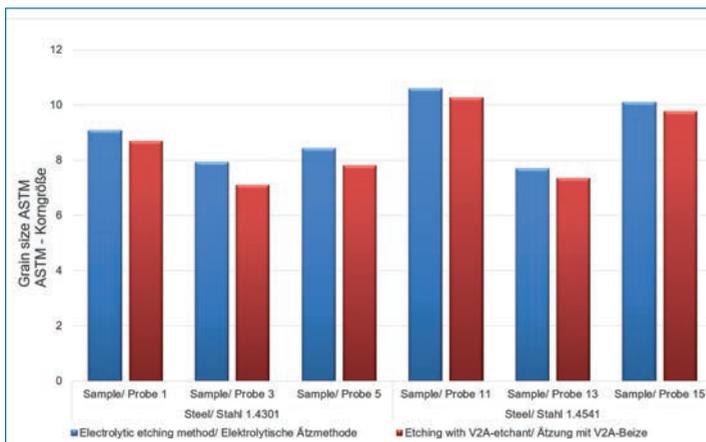


Fig. 13: Relationship between scatter range of grain size and etching process (electrolytic etching compared to etching with V2A etchant).

Bild 13: Streubreich der Korngröße in Abhängigkeit vom Ätzverfahren (elektrolytische Ätzung im Vergleich zur Ätzung mit V2A-Beize).

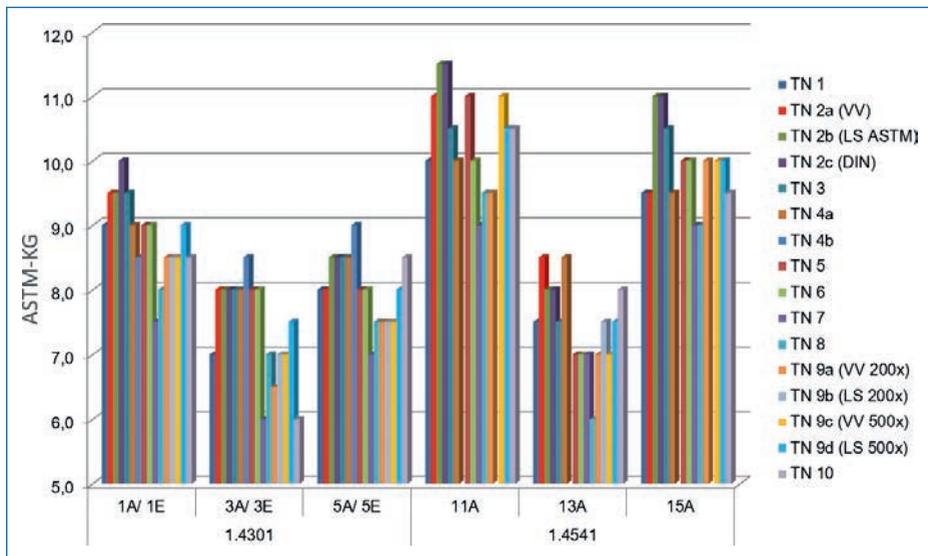


Fig. 14: Scatter band of grain sizes of the austenitic samples from all experimenters (TN) in the joint experiment, taking into account all influencing factors; VV = comparison procedure, LS = intercept procedure.

Bild 14: Gesamtes Streuband der Korngrößen an den Proben der austenitischen Werkstoffe aller Teilnehmer (TN) des Gemeinschaftsversuchs mit allen Einflussfaktoren; VV = Vergleichsverfahren, LS = Linienschnitt.

measurement of the sample etched with V2A etchant (Fig. 13). As etching using V2A etchant reveals twins, one might expect a higher number of grains due to a potentially higher number of intersections, but not vice versa.

The scatter band of the determined grain sizes of all samples is shown in Fig. 14. An overall comparison reveals a scatter of up to 2.5 grain size numbers. Material variations and the factors mentioned above (measurement method, etching, subjective factors, e.g. when using the comparison procedure) are reflected in this scatter but also the selected magnifications and hence the measured section of the sample. This scatter could be as much as 1.5 grain size numbers in a sample where grain size varied strongly and where there was no proper statistical certainty (sufficient number of measured values).

zung ergab (Bild 13). Da bei der V2A-Beize-Ätzung die Zwillinge sichtbar sind, könnte man aufgrund der potentiellen höheren Schnittpunktzahl eine höhere Kornzahl erwarten und nicht umgekehrt.

Das gesamte Streuband der ermittelten Korngrößen ist in Bild 14 dargestellt. Im Gesamtvergleich ergab dies eine Streuung von bis zu 2,5 Kornnummern. In dieser Streuung enthalten waren die Schwankungen des Materials und die bereits oben genannten Einflüsse (Messverfahren, Ätzung, subjektive Faktoren z. B. beim Vergleichsverfahren), aber auch die Wahl der Vergrößerungen und damit des gemessenen Ausschnitts der Probe. Bei stärker variierenden Korngrößen innerhalb einer Probe konnte allein diese Abweichung bis zu 1,5 Kornzahlen betragen, wenn keine entsprechende statistische Absicherung (ausreichend Messwerte) vorlag.

The results were only affected to a small extent by the preparation itself. Whether a sample was mechanically or electrolytically prepared, was rather irrelevant. The mechanical and electrolytic method only had a much greater impact on the time by which a measurement result could be produced and thus on the achievable sample throughput. The etching technique itself has little impact. Electrolytic etching using aqueous nitric acid is very well suited for fully automated grain size measurements as post-processing (manual correction of twin boundaries) can be done with little effort. A very quick and sufficiently accurate method is the use of the comparison procedure which may have a more significant subjective influence on the result, however.

7. Summary

The joint test carried out by the DGM work group "Preparation" used currently prevailing preparation and measurement methods for grain size determination in austenitic materials in compliance with DIN EN ISO 643/ ASTM E 112. From common procedures to mounting, grinding and polishing, a rapid method emerged: electrolytic preparation. Electrolytic etching using aqueous nitric acid is the method of choice when it comes to revealing the grain size. The grain size results were in a scatter band which also reflected the type of etching, type of measurement method and subjective factors (e. g. when using the comparison method).

Obviously, the grain size variation range across all batches shall be deemed a statistical influence. The determined scatter of 1 to 2 grain size numbers shall therefore be considered as a statistically certain reference value and a realistic size.

Acknowledgements

The author would like to thank all experimenters for taking part in this joint experi-

Die Präparation selber hat einen geringen Einfluss auf die Ergebnisse. Ob eine Probe mechanisch oder elektrolytisch präpariert wurde, war relativ unerheblich und beeinflusste viel stärker den Zeitraum bis zur Vorlage eines Messergebnisses und damit den erreichbaren Probendurchsatz. Die Ätzmethode selber ist auch von geringerem Einfluss. Die elektrolytische Ätzung mit wässriger Salpetersäure ist sehr gut für eine vollautomatische Korngrößenmessung geeignet, da der Aufwand bei der Nachbearbeitung (manuelle Korrektur der Zwillingskorngrenzen) sinkt. Ein sehr schnelles und ausreichend genaues Verfahren bietet das Vergleichsverfahren, was aber einen stärkeren subjektiven Einfluss auf das Ergebnis haben kann.

7. Zusammenfassung

Im Gemeinschaftsversuch des AK Präparation der DGM wurden an austenitischen Werkstoffen mit den zurzeit üblichen Präparationsmethoden und Messverfahren die Korngrößen nach DIN EN ISO 643/ ASTM E 112 bestimmt. Neben den üblichen Verfahren über Einbetten, Schleifen und Polieren kristallisierte sich als schnelle Methode die elektrolytische Präparation heraus. Das elektrolytische Ätzen mit wässriger Salpetersäure ist das bevorzugte Verfahren zur Sichtbarmachung der Korngröße. Die Ergebnisse zu den Korngrößen lagen in einem Streubereich, der durch die Art der Ätzung, der Art des Messverfahrens und subjektiven Faktoren (z. B. beim Vergleichsverfahren) definiert wurde.

Natürlich ist hier auch der Schwankungsbereich der Korngröße innerhalb der Chargen als statistischer Einfluss zu betrachten. Der ermittelte Streubereich von 1 bis 2 Kornnummern ist deshalb als statistisch gesicherter Anhaltswert und realistische Größe anzusehen.

Danksagung

Der Autor dankt allen Teilnehmern am Gemeinschaftsversuch des AK Probenpräparation

ment performed by the DGM work group "Sample Preparation". The following companies and institutions took an active part in this joint project:

Outokumpu Nirosta GmbH Dusseldorf, Karlsruhe Institute of Technology, IWT Bremen, Otto von Guericke University Magdeburg, H.C. Starck Laufenburg, MPA TU Darmstadt, Robert Bosch GmbH Schwieberdingen, Buehler GmbH Dusseldorf, Pixelferber GmbH Berlin, Struers GmbH Willich, Daimler AG Stuttgart, RWE Technology Niederaussem.

Holger Schnarr



born in 1965 in Thüringen. After finalizing his apprenticeship as mechanic in a nuclear power station he studied materials science at Technical University in Magdeburg. From 1992-1995 he worked on his PhD at the Fraunhofer Institute in Halle/Saale.

Since 2004 he works as lab manager at Struers GmbH. 2007 he became head of "Sample preparation group" within DGM.

der DGM. Folgende Firmen und Institutionen beteiligten sich aktiv:

Outokumpu Nirosta GmbH Dusseldorf, Karlsruher Institut für Technologie, IWT Bremen, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, H.C. Starck Laufenburg, MPA TU Darmstadt, Robert Bosch GmbH Schwieberdingen, Buehler GmbH Dusseldorf, Pixelferber GmbH Berlin, Struers GmbH Willich, Daimler AG Stuttgart, RWE Technology Niederaußem.

References / Literatur

- [1] DIN-Normenausschuss Materialprüfung, DIN EN ISO 643:2013-05: Stahl – Mikrophotographische Bestimmung der erkennbaren Korngröße, Beuth-Verlag (ISO/FDIS 643:2015); Deutsche und englische Fassung FprEN ISO 643:2015
- [2] ASTM E 112-13: Standard Test Method for Determining Average Grain Size. ASTM International.
- [3] Schnarr, H.: Ergebnisse des Gemeinschaftsversuches: Korngrößenbestimmung an Austeniten des AK Präparation der DGM, in: Sonderbände der Praktischen Metallographie, Vol 45, G. Petzow (Ed.). DGM, INVENTUM, Bonn, 2013

Bibliography

DOI 10.3139/147.110603

Pract. Metallogr. 56 (2019) 11; page 748–763

© Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG

ISSN 0032-678X