

H. Schnarr, U. Teuber

# “Can You Prepare This For Me Real Quick?” Results of the Joint Test “Electrolytic Preparation Options” of the DGM Work Group “Sample Preparation”

„Kannst du mir das mal schnell präparieren?“  
Ergebnisse des Gemeinschaftsversuches  
„Elektrolytische Präparationsmöglichkeiten“  
des DGM-Arbeitskreises „Probenpräparation“

*Received: June 13, 2019*

*Accepted: June 14, 2019*

*Translation: M. Lackas*

*Eingegangen: 13. Juni 2019*

*Angenommen: 14. Juni 2019*

## 1. Introduction

Besides the classic metallographic preparation methods using abrasives, electrolytic preparation offers a whole range of benefits, justifying it as a fast alternative to mechanical preparation. Besides the significantly shortened preparation time and the lack of thermal impact, it is the virtually deformation-free material removal that delivers good and quick results, particularly when soft and tough materials are prepared. This allows examinations of the microstructure – which

## 1. Einleitung

Neben den klassischen metallographischen Präparationsverfahren mit Abrasivstoffen hat die elektrolytische Präparation eine ganze Reihe von Vorteilen zu bieten, wodurch dieses Verfahren als schnelle Präparationsalternative zur mechanischen Präparation seine Berechtigung hat. Neben der deutlich verkürzten Präparationszeit und dem Fehlen thermischer Einflüsse ist es der nahezu verformungsfreie Abtrag, der vor allem bei der Präparation weicher und zäher Werkstoffe gute und schnelle Ergeb-

## Authors:

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

**Ute Teuber** Institut für Werkstoffkunde, Leibniz Universität Hannover, An der Universität 2, 30823 Garbsen; e-mail: teuber@iw.uni-hannover.de

has hardly been impacted by preparation artefacts – within a short period of time. Lengthy mechanical grinding and polishing steps can thus be dropped.

Where there is light, there is also shadow – the benefits mentioned are accompanied by a number of disadvantages, often making electrolytic preparation a compromise solution. In the relevant literature, there are plenty of instructions given about the electrolytic preparation technique.

## 2. Goal of the Joint Test

The DGM work group “Sample Preparation” has dedicated its latest joint test, in which 10 different institutes and companies are participating, to the subject of electrolytic preparation. In this study, selected materials were electrolytically prepared and the results were compared to the classic mechanical preparation in terms of quality and time. Tab. 1 lists all materials used. The goal of the study was to point out and discuss benefits, but also limitations of the methods regarding the individual materials. Another goal was to consolidate the self-perception of electrolytic polishing and etching methods in metallography and overcome barriers in terms of handling. In this

nisse liefern kann. Damit sind Untersuchungen der durch Präparationsartefakte kaum beeinflussten Mikrostruktur innerhalb kurzer Zeiten möglich. Lange mechanische Schleif- und Polierstufen können somit entfallen.

Wo Licht ist, ist auch Schatten – die genannten Vorteile muss man sich mit einigen Nachteilen erkaufen, so dass die elektrolytische Präparation oftmals auch eine Kompromisslösung darstellt. In der gängigen Fachliteratur werden ausreichend Hinweise zur elektrolytischen Präparationstechnik gegeben.

## 2. Ziel des Gemeinschaftsversuches

Der Arbeitskreis „Probenpräparation“ der DGM hat seinen aktuellen Gemeinschaftsversuch, an dem sich 10 verschiedene Institute und Unternehmen beteiligten, dem Thema der elektrolytischen Präparation gewidmet. In diesem Versuch wurden ausgewählte Werkstoffe elektrolytisch präpariert und die erhaltenen Ergebnisse mit der klassischen mechanischen Präparation hinsichtlich Qualität und zeitlichem Aufwand verglichen. In Tab. 1 sind die verwendeten Werkstoffe aufgelistet. Im Ergebnis des Versuchs sollten Vorteile, aber auch Einschränkungen der Methoden auf den jeweiligen Werkstoff aufgezeigt und diskutiert werden. Ein weiteres Ziel war auch, die Selbstverständlichkeit elektrolytischer Polier- und

Sample 1 / Probe 1	Sample 2 / Probe 2	Sample 3 / Probe 3	Sample 4 / Probe 4	Sample 5 / Probe 5	Sample 6 / Probe 6
Aluminium (Al 99% / Aluminium 99%)	IF- steel (ferritic; hot rolled) / Ferritischer IF-Stahl, warmgewalzt	Duplex steel (ferritic-austenitic) / Ferritischaustenitischer Duplex-Stahl	Magnesiumalloy AZ31 / Magnesiumlegierung AZ31	TiAl6V4 Laser sintered / TiAl6V4, Lasergesintert	Titan Grade 4 (lengthwise/crosswise) / Titan Grade 4 (längs und quer)
From cast part / aus Gussblock	Sheet / Blech	Wrought block / Schmiedeteil	From rod / Stab	cube / Würfel	Rod / Stab

**Tab. 1:** Sample material for the joint test.

**Tab. 1:** Probenmaterial für den Gemeinschaftsversuch.

study, the selected results are presented, facilitating the selection of an ideal preparation method.

There were no specifications for the processing of the samples. That meant that mounting and preparation routines (grinding, polishing) could be selected freely.

### 3. Electrolytic Preparation Method – Principle, Applications and Limitations

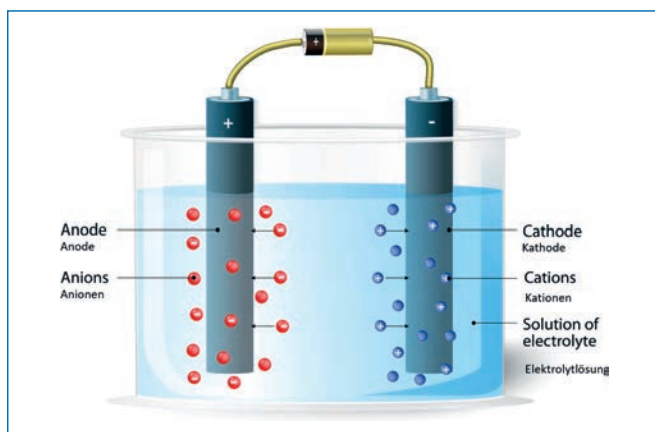
During electrolytic preparation, a metallically conductive sample connected as an anode is introduced into an electrolyte against an electrochemically stable cathode and a d.c. voltage is applied (Fig. 1). This causes the anodic dissolution of the sample. Due to the higher current flow at the rough spikes, the dissolution is intensified at these locations, which leads to the removal of these spikes and thus to the smoothing of the surface. This way, a grinded surface is levelled in the course of such an electrolysis, until it can be used for metallographic examinations. Similar to the classic mechanical prepara-

Ätzmethoden in der Metallographie zu festigen und Hemmschwellen beim Umgang abzubauen. In diesem Beitrag werden nun ausgewählte Ergebnisse dargestellt und damit soll die Entscheidungsfindung hinsichtlich einer optimalen Präparationsmethode für die verschiedenen Werkstoffklassen erleichtert werden.

Zur Bearbeitung der Proben gab es keine Vorgaben. Das bedeutete, Einbettungen und Präparationsroutinen (Schleifen, Polieren) konnten frei gewählt werden.

### 3. Elektrolytische Präparationsmethode – Prinzip, Anwendungen und Einschränkungen

Bei der elektrolytischen Präparation wird eine als Anode geschaltete metallisch leitfähige Probe gegen eine elektrochemisch beständige Kathode in einen Elektrolyten eingebracht und eine Gleichspannung angelegt (Bild 1). Dadurch kommt es zur anodischen Auflösung der Probe. Durch den höheren Stromfluss an den Rauspitzen erfolgt die Auflösung verstärkt an diesen Stellen, was zum Abtrag dieser Spitzen und damit zur Glättung der Oberfläche führt. Dadurch wird eine geschliffene Oberfläche im Verlauf einer solchen Elektrolyse eingeebnet, bis sie für metallographische Untersuchungen ausreichend ist. Man spricht dann – wie auch



**Fig. 1:** Principle of electrolytic anodic dissolution under dc voltage.

**Bild 1:** Prinzip der elektrolytischen anodischen Auflösung unter Gleichspannung.

tion, this is referred to as the necessary "mirror finish", which corresponds to an  $R_z$  value of  $< 0,3 \mu\text{m}$

The procedure is only intended for electrically conductive materials, commonly metals and partly half-metals. Aqueous or alcoholic acids based on phosphorus or perchloric acid with viscosity-increasing additives are often used as electrolytes. These are commercially available and provide benefits that can be used for a number of materials. Other acids are also possible, of course. The relevant etching-literature delivers sufficient evidence for this [1–3].

Electrolytes containing perchloric acid are not highly concentrated, but still have to be treated in accordance with the applicable safety regulations, since dehydrating electrolytes are enriched with perchloric acid, making them strongly oxidizing and explosive. The respective safety information sheet for the use and cleansing after preparation must be reviewed.

The anodic dissolution is divided in two subsections, whereas the direct dissolution can be used for etching and the indirect solution for polishing (Fig. 2, [2]).

Modern electrolytic preparation devices make it possible to quickly and easily determine such current density-voltage curves for the respective material-electrolyte combinations. Lengthy electrochemical tests can be omitted and the necessary preparation parameters can be determined relatively easy. These are:

- Polishing and etching voltage
- Electrolyte type (composition, inherent resistance, viscosity)
- The flow rate of the electrolyte
- The electrolyte temperature

bei der klassischen mechanischen Präparation – vom dafür notwendigen „Spiegelglanz“, was in etwa einem  $R_z$ -Wert  $< 0,3 \mu\text{m}$  entspricht.

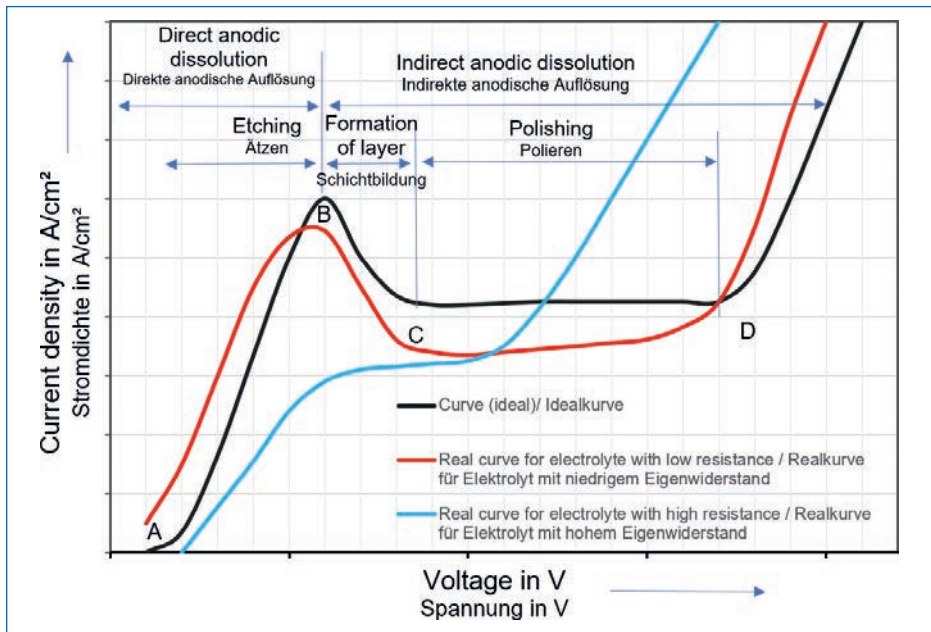
Das Verfahren eignet sich nur für elektrisch leitfähige Materialien, also üblicherweise Metalle und teilweise Halbmetalle. Als Elektrolyte werden häufig wässrige oder alkoholische Säuren auf Basis Phosphor- oder Perchlorsäure mit viskositätssteigernden Zusätzen eingesetzt. Diese sind kommerziell erhältlich und haben den Vorteil, für eine Reihe von Werkstoffen genutzt werden zu können. Andere Säuren sind natürlich möglich. In der einschlägigen Ätz-Literatur werden ausreichend Hinweise dazu gegeben [1–3].

Perchlorsäurehaltige Elektrolyte sind im Gebrauch nicht hoch konzentriert, müssen aber trotzdem entsprechend den geltenden Sicherheitsbestimmungen gehandhabt werden, da austrocknende Elektrolyte mit Perchlorsäure angereichert sind und damit stark oxidierend und explosiv wirken können. Die jeweiligen Sicherheitsdatenblätter zum Gebrauch und zur Reinigung nach der Präparation sind auf jeden Fall zu Rate zu ziehen.

Die anodische Auflösung wird in 2 Teilbereiche gegliedert, wobei die direkte Auflösung für das Ätzen und die indirekte für das Polieren genutzt werden kann (Bild 2, [2]).

Moderne elektrolytische Präparationsgeräte bieten die Möglichkeit, solche Stromdichte-Spannungskurven für die entsprechenden Material-Elektrolyt-Kombinationen schnell und einfach zu ermitteln. Damit entfallen langwierige elektrochemische Versuche und man ist in der Lage, relativ einfach die erforderlichen Präparationsparameter zu bestimmen. Das sind in der Regel folgende Parameter:

- Polierspannung und Ätzspannung
- Art des Elektrolyten (Zusammensetzung, Eigenwiderstand, Viskosität)
- die Strömungsgeschwindigkeit des Elektrolyten
- die Elektrolyttemperatur



**Fig. 2:** Current density-voltage curve for the anodic metal dissolution; idealized curve (1), real curve (2, 3) with different electrolyte inherent resistance. Schematic [according to 2].

**Bild 2:** Schematischer Verlauf der Stromdichte-Spannungs-Kurve für die anodische Metallauflösung; idealisierte Kurve (1), Realkurven (2, 3) mit unterschiedlichem Elektrolyt-Eigenwiderstand [nach 2].

- The preparation period (etching and polishing time)
- The preparation of the sample (quality or roughness of the grinding)
- The size of the surface to be processed.
- die Präparationsdauer (Ätz- und Polierzeit)
- die Vorbereitung der Probe (Güte bzw. Rauheit des Anschliffs)
- die Größe der zu bearbeitenden Fläche.

This results in a relatively complex parameter matrix. Once you find the ideal polishing and etching settings, you can use a semi-automated, fast and deformation-free preparation procedure for the microstructure examination.

In summary, the electrolytic preparation method is a procedure that can be used particularly when a fast preparation is needed. A preparation usually takes only a few seconds or minutes plus the preparation time (cutting, mounting and grinding

Damit ergibt sich eine recht komplexe Parametermatrix. Hat man aber erst einmal die optimalen Polier- und Ätzeinstellungen gefunden, ist man in der Lage, ein halbautomatisiertes, schnelles und verformungsarmes Präparationsverfahren für die Gefügeuntersuchung zu nutzen.

Zusammenfassend ergibt die elektrolytische Präparationsmethode ein Verfahren, welches sich besonders bei Notwendigkeit einer schnellen Präparation einsetzen lässt. Eine Präparation dauert meist nur einige Sekunden oder Minuten, zuzüglich der Vorbereitungszeit



**Fig. 3:** Electrolytically polished sample made of pure indium (raw material: TU Freiberg).

**Bild 3:** Elektrolytisch polierte Probe aus reinem Indium (Rohmaterial TU Freiberg).

as needed). This method can also be used, when a deformation-free preparation has to be performed on very soft (e.g. indium or lead, Fig. 3 and 4) or very tough materials or materials prone to strong deformation (e.g. Zircalloy, Fig. 5).

The mounting of such samples is especially recommended when small samples have to be fixed or to positively impact the edge

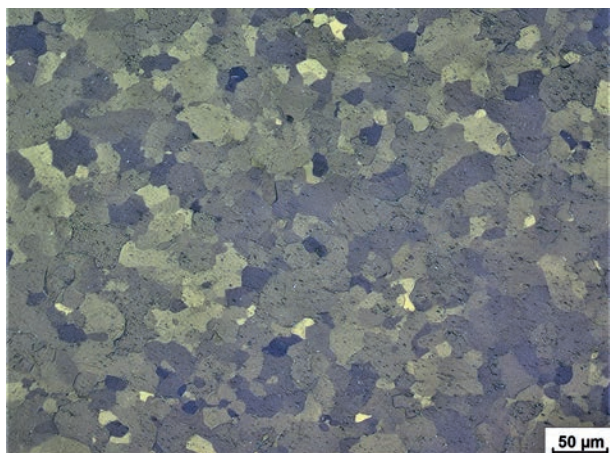


**Fig. 4:** Battery lead, electrolytically polished. The wavy surface structure is a characteristic of electrolytic preparation.

**Bild 4:** Batterieblei, elektrolytisch poliert. Die wellige Struktur der Oberfläche ist typisch für die elektrolytische Präparation.

(Trennen, ggf. Einbetten und Schleifen). Sehr gut lässt sich dieses Verfahren auch dort anwenden, wo es um verformungsarme Präparationen geht, die an sehr weichen (z. B. Indium oder Blei, Bild 3 und 4) oder sehr zähen bzw. zu starker Verformung neigenden Materialien (z. B. Zircalloy, Bild 5) durchgeführt werden sollen.

Das Einbetten solcher Proben empfiehlt sich besonders dann, wenn es sich um kleine Proben handelt, die fixiert werden müssen, oder



**Fig. 5:** Zircalloy, electrolytically polished, unetched. Observation in polarized light.

**Bild 5:** Zircalloy, elektrolytisch poliert, ungeätzt. Betrachtung im polarisierten Licht.



**Figs. 6a and b:** a) Sample cold mounted in epoxy resin with subsequently made contact (e. g. screw); b) cold mounted sample, additional hot mounting to realize conductivity.

**Bilder 6a und b:** a) in Epoxidharz kalt eingebettete Probe mit nachträglich geschaffenem Kontakt (z. B. Schraube); b) kalteingebettete Probe, zusätzlich warm eingebettet zur Realisierung der Leitfähigkeit.

sharpness. As the sample edges as well as the rough tips are subjected to a higher rate of removal due to the elevated current flow, these are preferably removed. This can lead to pronounced edge rounding during longer polishing times (see Fig. 7 bottom-left of the image). Therefore, this method is not or only conditionally suitable for the evaluation of edge areas.

The samples are best mounted in epoxy resin. Here, an electrically conductive contact to the outside has to be made, if possible (sample protrusion over embedding material, if the sample is high enough; casting of a wire or sheet metal with contact to the sample; drilling and contact with screw, Fig. 6a, left half of the picture). If you choose the option with the screw or a similar type of contact, it can be helpful to press some aluminium foil into the drilled hole. This creates better contact to the sample material and also stabilizes the screw, if the drilled hole is to big.

Another way is to tape the aluminium foil to the sample and lead the foil all the way to the back.

um die Randschärfe positiv zu beeinflussen. Da Probenränder ebenso wie Rauspitzen aufgrund des erhöhten Stromflusses einem höheren Abtrag unterliegen, werden diese bevorzugt abgetragen, was bei längerer Polierdauer zur ausgeprägten Kantenabrundung führen kann (vgl. dazu auch Bild 7 linker unterer Bildbereich). Zur Bewertung von Randbereichen ist dieses Verfahren deshalb nicht oder nur bedingt geeignet.

Die Proben können am besten in Epoxidharzen kalt eingebettet werden, wobei nach Möglichkeit ein elektrisch leitfähiger Kontakt nach außen geschaffen werden muss (Probenüberstand über Einbettmittel, wenn die Probe hoch genug ist; Eingießen eines Drahtes oder Bleches mit Kontakt zur Probe; Anbohren und Kontakt mit Schraube, Bild 6a, linke Bildhälfte). Wenn man sich für die Variante mit der Schraube oder ähnlichem Kontakt entscheidet, kann es hilfreich sein, in die Bohrung etwas Aluminiumfolie mit einzupressen. Das schafft besseren Kontakt zum Probenmaterial und stabilisiert die Schraube zusätzlich, wenn die Bohrung zu groß ist.

Eine weitere Möglichkeit besteht darin, Aluminiumfolie mit einem Klebstreifen an der Probe zu befestigen und die Folie bis zur Rückseite zu führen.

Alternatively, hot mounting with the help of conductive mounting resins can be used for materials and components, if the materials or component geometries, respectively, allow it. Limitations are set by the necessary heating temperature (max. 180°C) and the pressure during mounting (up to 350 bar). These mounting resins then contain particles of iron, aluminium or carbon. Here, it has to be noted that the filler material, as another electrode, also has an impact on the electrochemical process, which can negatively influence the result. Therefore, the preparation of an unmounted metallic sample that should always be preferred, if the size allows it. Alternatively, an inert mounting resin without filler materials or with electrolyte-resistant filler materials can be used; also as a combination during a mounting process. Cold and hot mounting can also be combined, which is shown as an example in the right half of the image (Fig. 6). Here, an aluminium chip was used as a sample, which would normally be deformed in a hot mounting press. First, the chip is cold mounted in epoxy resin, so there is still a metallic contact at the top and bottom side or the contact can be made after curing through a short grinding step. This „tablet“ is then put into the hot mounting press, backed by aluminium foil for better contact and then re-mounted together with a conductive mounting material. So you get the comfort of a conductive mounting with the protection and also the transparency of the epoxy resin around the actual sample. This method is particularly suited for small and easily deformable samples.

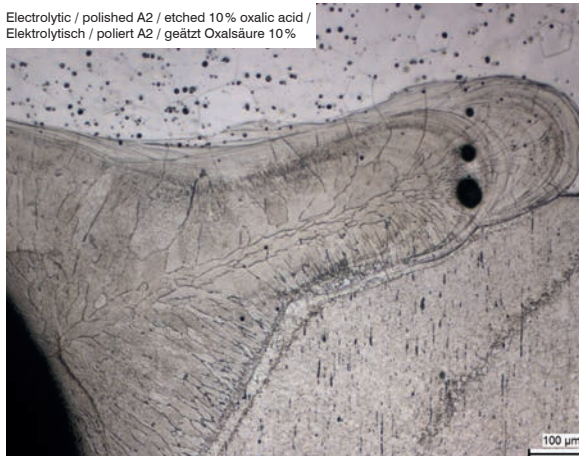
In any case, a mounted sample should always be checked for electrical continuity with a simple multimeter. This way you can make sure that the electrolytical process can take place without difficulties.

Alternativ kann für Werkstoffe und Teile das Warmeinbetten unter Verwendung leitfähiger Einbettmittel genutzt werden, wenn die Werkstoffe respektive Bauteil-Geometrien dies zulassen. Grenzen werden hier durch die notwendige Aufheiz-Temperatur (max. 180°C) und den Druck bei der Einbettung (bis zu 350 bar) gesetzt. Diese Einbettmittel enthalten dann Partikel von Eisen, Aluminium oder Kohlenstoff. Hier ist aber zu beachten, dass auch der Füllstoff als weitere Elektrode Einfluss auf den elektrochemischen Prozess hat, was das Ergebnis negativ beeinflussen kann. Deshalb sollte immer die Präparation einer nicht eingebetteten metallischen Probe bevorzugt werden, wenn es die Größe zulässt. Alternativ kann ein inertes Einbettmittel ohne Füllstoffe bzw. mit elektrolytbeständigen Füllstoffen verwendet werden; auch als Kombination in einem Einbettvorgang. Man kann auch das Kalt- und Warmeinbetten kombinieren, was bei der Probe in der rechten Bildhälfte (Bild 6b) exemplarisch dargestellt ist. Hier wurde beispielsweise ein Aluminiumspan als Probe verwendet, der in einer Warmeinbettpresse normalerweise deformiert werden würde. Der Span wird erst in Epoxidharz kalt eingebettet, so dass an Ober- und Unterseite noch metallischer Kontakt besteht bzw. nach Aushärtung durch kurzes Anschleifen hergestellt werden kann. Diese „Tablette“ wird dann in die Warmeinbettpresse gelegt, mit Aluminiumfolie zum besseren Kontakt hinterlegt und dann zusammen mit leitfähigem Einbettmittel verpresst. Somit hat man den Komfort einer leitfähigen Einbettung mit dem Schutz und zusätzlich der Transparenz des Epoxidharzes um die eigentliche Probe herum. Dieses Verfahren ist ganz besonders für kleine und leicht deformierbare Proben geeignet.

Auf jeden Fall sollte eine eingebettete Probe vor der elektrolytischen Präparation immer mit einem einfachen Multimeter auf elektrischen Durchgang geprüft werden. Damit stellt man sicher, dass der elektrolytische Prozess ohne Schwierigkeiten ablaufen kann.



Electrolytic / polished A2 / etched 10% oxalic acid /  
 Elektrolytisch / poliert A2 / geätzt Oxalsäure 10%



**Fig. 7:** Laser welding on high-alloy materials, electrolytically polished and electrolytically etched with oxalic acid (10% in water). Edge rounding on the sample not mounted in resin is clearly visible in the area of the welding seam. Small holes due to wash out of nonmetallic inclusions.

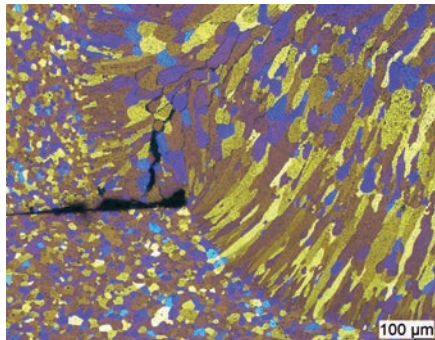
**Bild 7:** Laserschweißung an hochlegierten Werkstoffen, elektrolytisch poliert und mit Oxalsäure (10% in Wasser) elektrolytisch geätzt. Kantenabrundung an der uneingebetteten Probe ist im Bereich der Schweißnaht deutlich zu erkennen. Herausgelöste nicht-metallische Einschlüsse hinterlassen kleine Löcher.

Electrolytical preparations on welding seams are particularly attractive (Figs. 7 und 8). In combination with the possibility of a quick polishing, electrolytical etching is often helpful for materials, where classical chemical dissolution etching delivers no or unsatisfying results. The electrolytical oxalic acid etching can be used for a wide range of high-alloyed corrosion-resistant materials (e. g. High-alloyed steels, Ni and Co based alloys). Such materials usually have to be etched with quite aggressive chemicals. Here, appropriate electrolytical etching provides an alternative with a low risk potential.

In Fig. 7, the partial separation of phase components (e. g. non-metallic inclusions or intermetallic phases) is clearly recognizable (black dots in the upper fitting). The aforementioned edge rounding is another limitation that makes the electrolytical method only conditionally applicable or not applicable for certain examinations. The impact of the higher material removal also shows on pores or gas bubbles in the cast or in the welding seam. Longer polishing times increase the size of pores and gas bubbles, which can lead to a distortion of

Besonders attraktiv sind elektrolytische Präparationen an Schweißnähten (Bild 7 und 8). In Kombination mit der Möglichkeit der schnellen Politur ist gerade an Werkstoffen, bei denen klassische chemische Lösungsätzungen nicht oder nur unbefriedigende Resultate bringen, eine elektrolytische Ätzung sehr oft hilfreich. Die elektrolytische Oxalsäure-Ätzung lässt sich für eine Vielzahl von hochlegierten korrosionsbeständigen Werkstoffen nutzen (z. B. hochlegierte Stähle, Ni- und Co-Basislegierungen). Solche Werkstoffe müssen meistens mit recht aggressiven Chemikalien geätzt werden. Hier ist also eine entsprechende elektrolytische Ätzung eine Alternative mit geringerem Gefährdungspotential.

In Bild 7 ist deutlich das partielle Herauslösen von Phasenbestandteilen (z.B. nicht-metallische Einschlüsse oder intermetallische Phasen) zu erkennen (schwarze Punkte im oberen Verbundstück). Ebenso ist die bereits erwähnte Kantenabrundung eine weitere Einschränkung, die das elektrolytische Verfahren für bestimmte Untersuchungen nur bedingt anwendbar macht oder sogar ausschließen kann. Auch an Poren oder Gasblasen im Guss oder in der Schweißnaht wird der Effekt des höheren Materialabtrags deutlich. Längere Polierzeiten vergrößern Poren und Gasblasen,

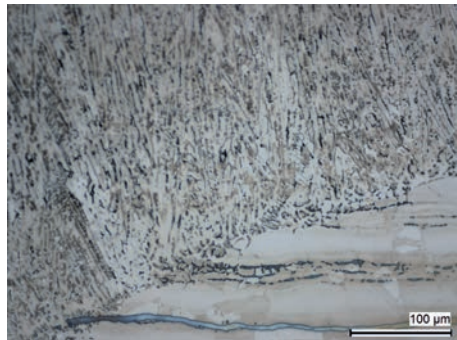


**Fig. 8:** Aluminium welding seam, electrolytically polished (A2) and etched with aqueous tetrafluoroboric acid (Barker). Observation in polarized light.

**Bild 8:** Aluminiumschweißnaht, elektrolytisch poliert (A2) und mit wässriger Tetrafluoroborsäure geätzt (Barker). Betrachtung im polarisierten Licht.

results. Heterogeneous materials with electrolytically strongly differing phases can only be prepared with reservation, if at all. Examples for this are AlSi cast alloys, graphitic cast iron or lead bronze. The method should thus not be used for analyses of grey or aluminium casts, for the determination of non-metallic inclusions, cracks and, as mentioned above, for layer thickness measurements.

For aluminium weldings, the so called Barker etching can be used very elegantly. The prepared sample is reviewed under polarized light (Fig. 8). This method can also be used for classic welding seams on structural steel, pipe sections and in the automotive industry. Usually, the finer the welding seams, the finer the grinding prior to the electrolytical preparation has to be. That means that laser and electron beam welding seams have to be processed with finer abrasive grit sizes (FEPA graining 1000 or finer) than big gas or electric arc welding seams.



**Fig. 9:** Welding seam on high-alloy materials, electrolytically etched with 10% sodium hydroxide; delta ferrite and sigma phase are colored; bright field.

**Bild 9:** Schweißnaht an hochlegierten Werkstoffen, elektrolytisch geätzt mit 10%iger Natronlauge; Delta-Ferrit und Sigma-Phase färben sich ein; Hellfeld.

was zu einer Verfälschung der Resultate führen kann. Heterogene Werkstoffe mit elektrochemisch stark differierenden Phasen können nur bedingt oder gar nicht präpariert werden. Beispiele hierfür sind AlSi-Gusslegierungen, graphitisches Gusseisen oder Bleibronzen. Damit sollte das Verfahren für Analysen an Grau- oder Aluminiumguss, für die Bestimmung von nichtmetallischen Einschlüssen, Rissen und wie bereits oben erwähnt für Schichtdickenmessungen nicht eingesetzt werden.

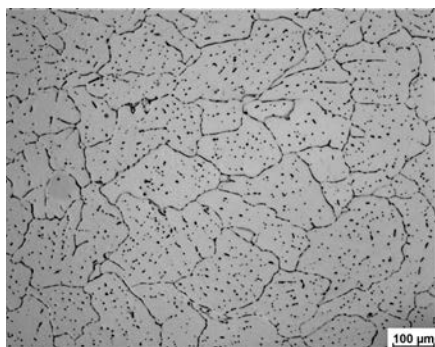
Für Aluminiumschweißungen kann die sogenannte Barker-Ätzung sehr elegant angewandt werden. Die präparierte Probe wird unter polarisiertem Licht betrachtet (Bild 8). Auch für klassische Schweißnähte an Baustahl, Rohrabschnitten, im Automobilbau etc. lässt sich dieses Verfahren gut einsetzen. In der Regel ist ein feinerer Schliff vor der elektrolytischen Präparation nötig, je feiner die Schweißnähte sind. Das bedeutet, dass Laser- und Elektronenstrahl-Schweißnähte mit feineren Schleifkörnungen (FEPA-Körnung 1000 oder feiner) zu bearbeiten sind als große Gas- oder Lichtbogen-Schweißnähte.

Delta ferrite fractions or sigma phases in welding seams can be made clearly visible with via electrolytical sodium hydroxide etching (10–40% NaOH in water), as both metallographic components are colored dark during this etching (Fig. 9). This allows a quantification of the delta ferrite or the verification of sigma phase.

## 4. Application in the Joint Test and Results on the Test Materials

### 4.1 Sample 1 – Aluminium (Casting with Al 99%)

Due to its homogeneity, pure aluminium can be electrolytically prepared quite easily. A mechanical preparation of good quality, however, can be time-consuming. Abrasives can get pressed into the matrix, which makes it very hard to remove them again, surface deformations might only get removed after longer fine polishing. As mentioned above, the electrolytic etching with aqueous tetrafluoroboric acid is a reproducible method that also delivers great results for higher alloyed aluminium types which have to be



**Fig. 10:** Aluminium, mechanical preparation after electrolytic Barker etching; grain boundaries more clearly indicated; bright field.

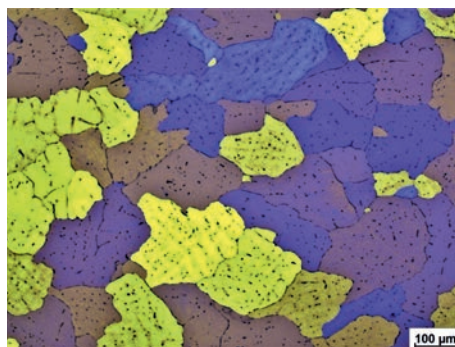
**Bild 10:** Aluminium, mechanische Präparation nach elektrolytischer Barker-Ätzung, Korngrenzen stärker markiert; Hellfeld.

Deltaferrit-Anteile oder Sigma-Phase in Schweißnähten können mit einer elektrolytischen Natronlauge-Ätzung (10–40% NaOH in Wasser) sehr gut sichtbar gemacht werden, da beide Gefügebestandteile sich bei dieser Ätzung dunkler einfärben (Bild 9). Damit ist eine Quantifizierung des Delta-Ferrits oder der Nachweis von Sigma-Phase möglich.

## 4. Anwendung im Gemeinschaftsversuch und Ergebnisse an den Versuchsmaterialien

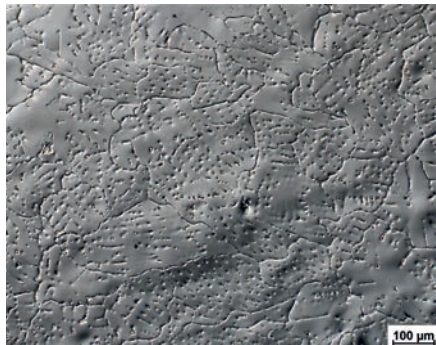
### 4.1 Probe 1 – Aluminium (Guss mit Al 99%)

Reines Aluminium lässt sich aufgrund seiner Homogenität sehr gut elektrolytisch präparieren; eine qualitativ gute mechanische Präparation kann dagegen zeitaufwändiger sein. Abrasivstoffe können sich eindrücken und sind dann nur sehr schwer wieder entfernbar; Oberflächenverformungen werden u. U. erst nach längerem Feinstpolieren abgebaut. Die elektrolytische Ätzung mit wässriger Tetrafluoroborsäure ist, wie oben erwähnt, eine reproduzierbare Methode, welche auch für höherlegierte Aluminiumsorten, die mechanisch präpariert



**Fig. 11:** Aluminium, mechanical preparation, after Barker etching, polarized light is necessary for representation of the grain surface.

**Bild 11:** Aluminium, mechanische Präparation, nach Barker-Ätzung, polarisiertes Licht für Darstellung der Kornfläche nötig.

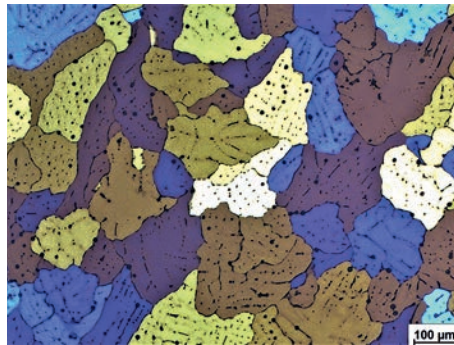


**Fig. 12:** Aluminium, electrolytic polishing with the typical wavy surface, preparation time < 5 min, DIC.

**Bild 12:** Aluminium, elektrolytische Politur mit der typischen welligen Oberfläche, Präparationszeit < 5 min, DIC.

mechanically prepared. For the evaluation of the etching, the bright field illumination observation is not enough (Fig. 10); polarized light is necessary (Figs. 11 and 13).

Compared to the more time-consuming mechanical preparation, it takes only a couple of minutes of electrolytical polishing to provide an analyzable surface (Fig. 12 und 13). With increasing alloy content, however, the mechanical preparation becomes the method of choice. This is also the case for thin Al foils and sheet metals as well as examinations of the edge area, due to pronounced edge rounding (Fig. 14).



**Fig. 13:** Aluminium, electrolytic preparation, after electrolytic Barker etching, polarized light.

**Bild 13:** Aluminium, elektrolytische Präparation, nach elektrolytischer Barker-Ätzung; polarisiertes Licht.

werden müssen, sehr gute Ergebnisse liefert. Für die Bewertung der Ätzung reicht die Hellfeld-Betrachtung nicht aus (Bild 10); es wird polarisiertes Licht benötigt (Bilder 11 und 13).

Im Vergleich zur längeren mechanischen Präparation liegt bei der elektrolytischen Politur bereits nach wenigen Minuten eine auswertbare Oberfläche vor (Bild 12 und 13). Mit steigendem Legierungsgehalt wird aber die mechanische Präparation zum Verfahren der Wahl. Ebenso verhält es sich bei dünnen Al-Folien und Blechen sowie Untersuchungen der Randbereiche aufgrund ausgeprägter Kantenabrundung (Bild 14).

**Fig. 14:** Aluminium, electrolytic preparation, unetched, possibly more pronounced edge rounding at longer polishing times, bright field.

**Bild 14:** Aluminium, elektrolytische Präparation, ungeätzt, stärkere Kantenabrundung bei längerer Politur möglich; Hellfeld.

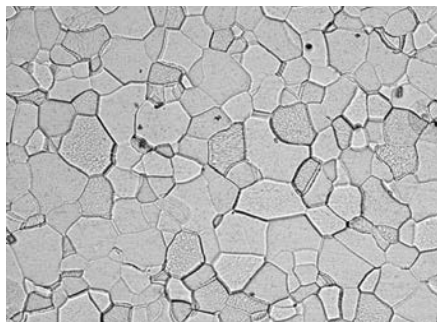
## 4.2 Sample 2 – Ferritic Steel (IF Hot Strip)

The relatively soft ferritic steel can easily be prepared electrolytically or mechanically, as far as only the grain size should be analyzed; but even here, the mechanical preparation takes longer. If non-metallic inclusions have



**Fig. 15:** Ferritic steel, mechanical preparation, unetched, very fine deformations still visible, non-metallic inclusions remain, preparation time > 30 min; DIC.

**Bild 15:** Ferritischer Stahl, mechanische Präparation, ungeätzt, sehr feine Verformungen noch sichtbar, nichtmetallische Einschlüsse bleiben erhalten, Präparationszeit > 30 min; DIC.

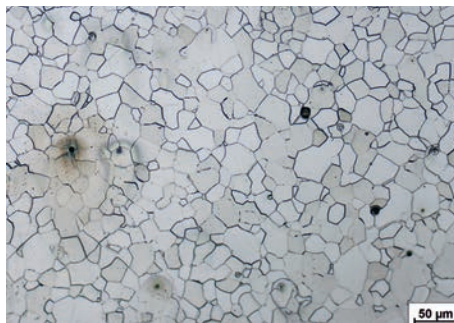


**Fig. 17:** Ferritic steel, electrolytic polishing and etching with electrolytes containing perchloric acid, preparation time < 5 min.

**Bild 17:** Ferritischer Stahl, elektrolytische Politur und Ätzung mit perchlorsäurehaltigem Elektrolyten, Präparationszeit < 5 min.

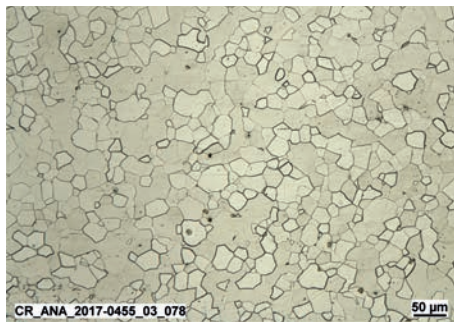
## 4.2 Probe 2 – Ferritischer Stahl (IF-Warmband)

Der relativ weiche ferritische Stahl lässt sich sowohl elektrolytisch als auch mechanisch gut präparieren, sofern es um eine reine Korngrößenanalyse geht; aber auch hier dauert die mechanische Präparation länger. Sollen jedoch



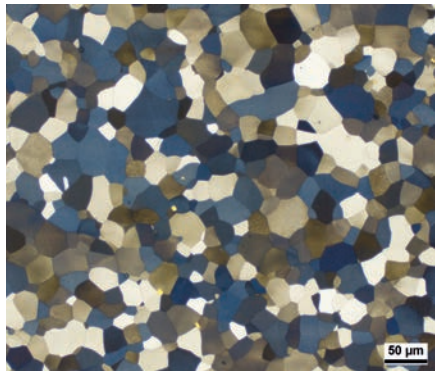
**Fig. 16:** Ferritic steel, electrolytic polishing and electrolytic etching, partly separated non-metallic inclusions; bright field.

**Bild 16:** Ferritischer Stahl, elektrolytische Politur und elektrolytische Ätzung, teilweise herausgelöste nichtmetallische Einschlüsse; Hellfeld.



**Fig. 18:** Ferritic steel, mechanical preparation, etching with 1% nital; bright field.

**Bild 18:** Ferritischer Stahl, mechanische Präparation; Ätzung mit Nital 1%; Hellfeld.



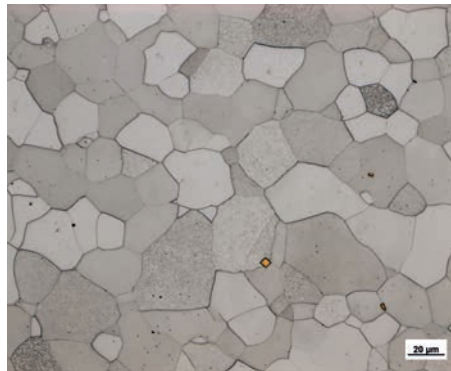
**Fig. 19:** Ferritic steel, mechanical preparation; etching: Klemm I; bright field.

**Bild 19:** Ferritischer Stahl, mechanische Präparation; Ätzung Klemm I; Hellfeld.

to be determined as part of a steel purity determination, the mechanical preparation should be preferred (Fig. 15). The reason for this is that the inclusions are washed out from the matrix during electrolytical preparation, and can leave holes or pittings (Fig. 16). If a quick preparation is aimed to serve the microstructure analysis (grain size and phases), time can be saved, as the sample can be etched with the same perchloric acid-containing electrolytes immediately after electrolytical polishing (Fig. 17). Apart from that, classic etchants like Nital (1–3%), Klemm I or also V2A etchant, which allow a balanced contrasting of the grain boundaries or grain surfaces (Figs. 18 to 20) are recommended.

#### 4.3 Sample 3 – Duplex Steel (Ferritic-Austenitic)

For the preparation of high-alloyed corrosion resistant materials electrolytical preparation has significant advantages. Besides the very short preparation time, compared to that of mechanical preparation, especially the deformation-free surfaces are great conditions for ideal etching results. However,



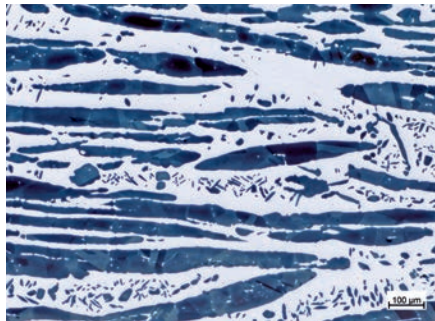
**Fig. 20:** Ferritic steel, mechanical preparation; etching: V2A etchant; bright field.

**Bild 20:** Ferritischer Stahl, mechanische Präparation; Ätzung V2A-Beize; Hellfeld.

auch nichtmetallische Einschlüsse im Rahmen einer Stahlreinheitsgradbestimmung bestimmt werden, ist die mechanische Präparation zu bevorzugen (Bild 15). Grund hierfür ist, dass diese Einschlüsse bei der elektrolytischen Präparation aus der Matrix herausgelöst werden können und Löcher oder Vertiefungen hinterlassen (Bild 16). Sofern eine Schnell-Präparation zur groben Mikrostrukturanalyse dienen soll (Korngröße und Phasen), kann Zeit eingespart werden, da im Anschluss an die elektrolytische Politur sofort mit dem gleichen perchlorsäurehaltigen Elektrolyten geätzt werden kann (Bild 17). Ansonsten empfehlen sich eher klassische Ätzmittel, wie Nital (1–3%), Klemm I oder auch V2A-Beize, die eine ausgewogene Kontrastierung der Korngrenzen oder Kornflächen ermöglichen (Bilder 18 bis 20).

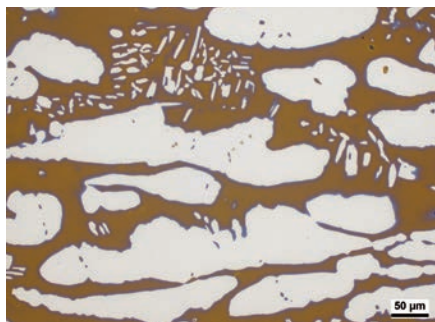
#### 4.3 Probe 3 – Duplex-Stahl (ferritisch-austenitisch)

Der Vorteil der elektrolytischen Präparation tritt bei den hochlegierten korrosionsbeständigen Werkstoffen deutlich in den Vordergrund. Neben der im Vergleich zur mechanischen Bearbeitung sehr kurzen Präparationszeit sind vor allem die verformungsfreien Oberflächen gute Voraussetzungen für optimale Ätzergeb-



**Fig. 21:** Duplex steel, mechanical preparation; etching: Beraha II; bright field.

**Bild 21:** Duplex-Stahl, mechanische Präparation; Ätzung Beraha II; Hellfeld.

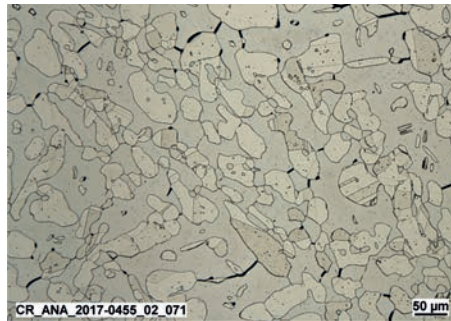


**Fig. 23:** Duplex steel, mechanical preparation; etching with modified Murakami; bright field.

**Bild 23:** Duplex-Stahl, mechanische Präparation; Ätzung mit mod. Murakami; Hellfeld.

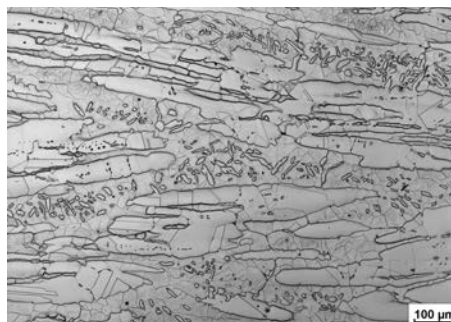
mechanical preparation methods also deliver good polishing results.

Besides the classic dissolution and color etchings like Lichtenegger & Bloech or also Beraha II, V2A etchant and modified Murakami solution (as shown in Fig. 21–23), electrolytic etchings are recommended due to their reproducibility. Here, electrolytic etching with oxalic acid for the grain boundaries (Fig. 24) as well as etching with aqueous sodium hydroxide (Fig. 25) have to be mentioned, as both allow a clear dis-



**Fig. 22:** Duplex steel, electrolytic preparation; etching with V2A etchant; bright field.

**Bild 22:** Duplex-Stahl, elektrolytische Präparation; Ätzung mit V2A-Beize; Hellfeld.

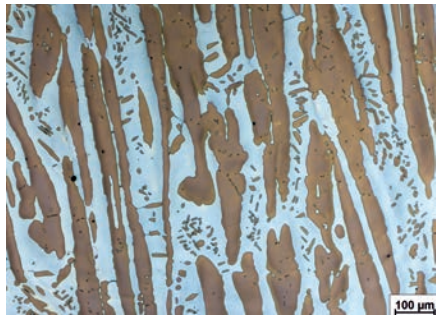


**Fig. 24:** Duplex steel, electrolytic polishing, electrolytic etching with oxalic acid 10% in water; bright field.

**Bild 24:** Duplex-Stahl, elektrolytische Politur, elektrolytische Ätzung mit Oxalsäure 10% in Wasser; Hellfeld.

nisse. Jedoch liefern auch mechanische Präparationsmethoden gute Polierergebnisse.

Außer den klassischen Lösungs- und Farbbätzungen wie Lichtenegger & Bloech oder auch Beraha II, V2A-Beize und modifizierte Murakami-Lösung, wie sie in den Bildern 21–23 dargestellt sind, empfehlen sich elektrolytische Ätzungen aufgrund guter Reproduzierbarkeit. Es sind dabei sowohl die elektrolytische Oxalsäure-Ätzung für die Korngrenzen (Bild 24) als auch die Ätzung mit wässriger Natronlauge (Bild 25) zu nennen,



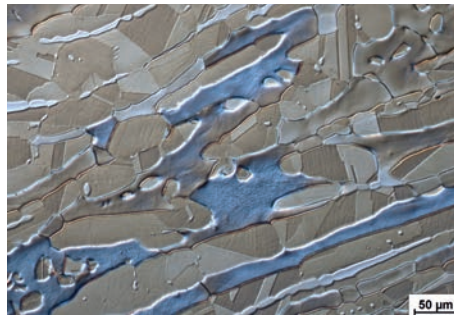
**Fig. 25:** Duplex steel, electrolytic polishing and electrolytic etching with sodium hydroxide 40% in water; bright field.

**Bild 25:** Duplex-Stahl, elektrolytische Politur und elektrolytische Ätzung mit Natronlauge 40% in Wasser; Hellfeld.

inction between ferrite and austenite, which is ideal for the determination of the phase fraction ferrite/austenite. (See section 3.) Using a double etching procedure is also possible here (first oxalic acid etching, then etching with aqueous sodium hydroxide solution). The first etchant clearly marks the grain boundaries, the second one colors the ferrite more strongly (Fig. 26). A dip etching in a modified Murakami solution can also deliver similar effects. Here, ferrite is colored (Fig. 23).

#### 4.4 Sample 4 – Magnesium Alloy AZ-31

Mg materials represent a challenge for both mechanical and, particularly, electrolytical preparation. On the one hand, such materials tend to oxidize quickly in aqueous media, on the other hand, they get deformed easily during mechanical preparation, which can result in scratches and deformation twins (sham structures). Time-consuming mechanical preparation is necessary for the AZ31 Mg alloy to be prepared in the test, but not entirely, free of deformations. A deformation-free structure then allows a representation of the grain structure, e.g. in



**Fig. 26:** Duplex steel, electrolytic double etching with oxalic acid and sodium hydroxide after preceding electrolytic polishing; DIC.

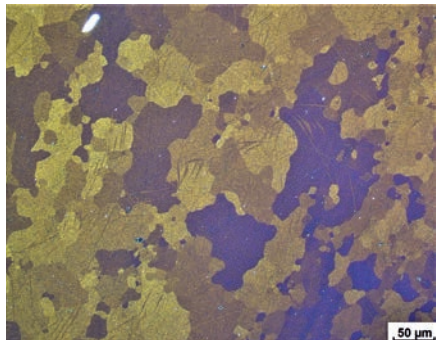
**Bild 26:** Duplex-Stahl, elektrolytische Doppel-Ätzung mit Oxalsäure und mit Natronlauge nach vorangegangener elektrolytischer Politur; DIC.

die wiederum eine deutliche Unterscheidung von Ferrit und Austenit zulässt, was für die Bestimmung des Phasenanteils Ferrit/ Austenit ideal ist. (Vergleiche dazu auch Abschnitt 3.) Möglich ist hier auch die Anwendung einer Doppelätzung (zuerst Oxalsäure-Ätzung, dann Natronlauge-Ätzung). Durch die erstere werden die Korngrenzen gut markiert, und die zweite Ätzung färbt den Ferrit stärker ein (Bild 26). Ähnliche Effekte wie mit Natronlauge kann auch mit einer Tauchätzung in modifizierter Murakami-Lösung erreicht werden, bei der der Ferrit eingefärbt wird (Bild 23).

#### 4.4 Probe 4 – Magnesium-Legierung AZ-31

Eine Herausforderung sowohl an die mechanische und erst recht an die elektrolytische Präparation stellen Mg-Werkstoffe dar. Zum einen neigen solche Materialien zu schneller Oxidation in wässrigen Medien und zum anderen verformen sie bei der mechanischen Präparation sehr leicht, was Kratzer und Verformungszwillinge (Scheingefüge) zur Folge haben kann. Die im Versuch zu präparierende Mg-Legierung AZ31 zeigt erst nach zeitaufwändiger mechanischer Präparation ausreichende, aber nicht völlige Verformungsfreiheit, die eine Darstellung der Kornstruktur z. B. im polarisierten Licht ermöglicht (Bild 27)



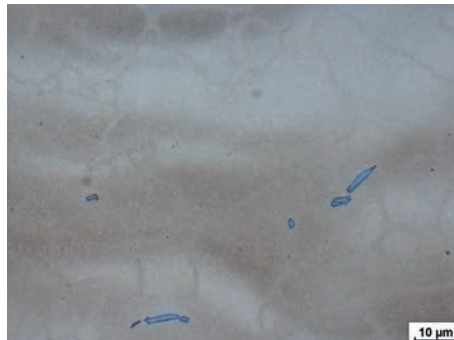


**Fig. 27:** Magnesium alloy, mechanical preparation, unetched; polarized light.

**Bild 27:** Magnesium-Legierung, mechanische Präparation, ungeätzt; polarisiertes Licht.

polarized light (Fig. 27) but is also sufficient for a phase analysis in brightfield. 28).

This alloy can be polished with perchloric acid mixtures, lower electrolyte temperatures  $< 5^{\circ}\text{C}$  are recommended, however. Electrolytical preparation, however, is qualitatively inferior to a thorough mechanical preparation with long fine polishing steps. Here, the material is more strongly etched by the aqueous solution alone, as the



**Fig. 28:** Magnesium alloy, mechanical preparation, unetched; bright field.

**Bild 28:** Magnesium-Legierung, mechanische Präparation, ungeätzt; Hellfeld.

oder aber auch im Hellfeld zur Phasenanalyse ausreicht (Bild 28).

Elektrolytisch lässt sich diese Legierung mit Perchlorsäure-Gemischen zwar polieren, jedoch werden tiefere Elektrolyttemperaturen  $< 5^{\circ}\text{C}$  empfohlen. Die elektrolytische Präparation ist einer sorgfältigen mechanischen Präparation mit langen Feinstpolierstufen qualitativ aber unterlegen. Hier wird durch die jeweiligen Elektrolyte auf Basis Perchlorsäure



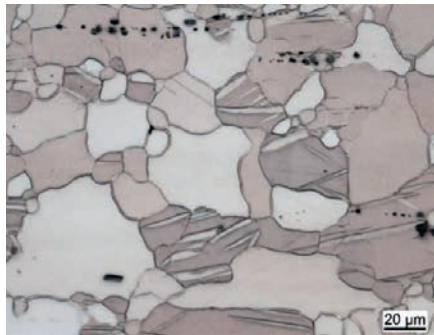
**Fig. 29:** Magnesium alloy, electrolytically polished with perchloric acid base, etching with aqueous electrolyte content.

**Bild 29:** Magnesium-Legierung, elektrolytisch poliert mit Perchlorsäure-Basis, Anätzung durch wässrigen Elektrolytanteil; Hellfeld.



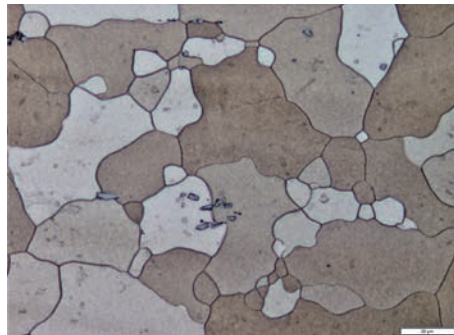
**Fig. 30:** Magnesium alloy, electrolytically polished with acetic acid-based electrolyte, unetched; bright field.

**Bild 30:** Magnesium-Legierung, elektrolytisch poliert mit Elektrolyt auf Essigsäure-Basis, ungeätzt; Hellfeld.



**Fig. 31:** Magnesium alloy, mechanical preparation, etching with etching solution containing picric acid; bright field.

**Bild 31:** Magnesium-Legierung, mechanische Präparation, Ätzung mit pikrinsäurehaltiger Ätzlösung; Hellfeld.



**Fig. 32:** Magnesium alloy, mechanical preparation, etching with picric acid/acetic acid solution after intermediate etchings in mixed solution containing hydrochloric acid, nitric acid and ethanol; bright field.

**Bild 32:** Magnesium-Legierung, mechanische Präparation, Ätzung mit Pikrinsäure/ Essigsäure-Lösung nach Zwischenätzungen in Mischlösung aus Salzsäure, Salpetersäure und Ethanol; Hellfeld.

electrolytes are based on either perchloric acid or (Fig. 29) or acetic acid, respectively (Fig. 30). A statement about the grain size and grain shape may be possible, however, longer electrolytic polishing times also result in a partial separation of the MgAl phases, so that mechanical preparation should also be preferred for analyzing the segregations. The best options after polishing are solutions containing picric acid (Fig. 31) or combination solutions with acetic acid, hydrochloric acid and nitric acid (Fig. 32).

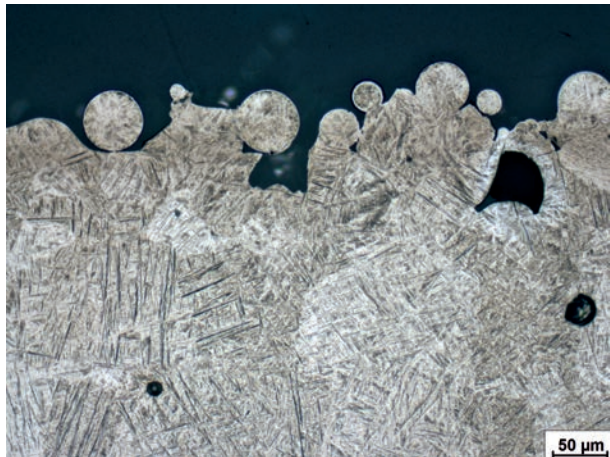
#### 4.5 Sample 5 – Grade 4 Titanium and Sample 6 – TiAl6V4 (Laser-Sintered)

Titanium and its alloys are not easy to prepare by mechanical means. This is due to deformation layers, which can only be removed in satisfactory manner after very long chemical-mechanical end polishing steps (possible with intermediate etchings). The multi-phase, additively manufactured alloy made of TiAl6V4 has to be etched using etching solutions containing hydrofluoric acid, same as the pure titanium types, to achieve grain boundary contrasts under

(Bild 29) oder Essigsäure (Bild 30) allein durch die wässrige Lösung der Werkstoff schon stärker angeätzt. Eine Aussage zur Korngröße und Kornform ist zwar möglich, aber längere elektrolytische Polierzeiten haben zusätzlich ein teilweises Herauslösen der MgAl-Phasen zur Folge, so dass auch zur Analyse der Ausscheidungen die mechanische Präparation vorzuziehen ist. Als Ätzmittel nach der Politur eignen sich am besten pikrinsäurehaltige Lösungen (Bild 31) oder Mischlösungen mit Essigsäure, Salzsäure und Salpetersäure (Bild 32).

#### 4.5 Probe 5 – Titan Grade 4 und Probe 6 – TiAl6V4 (lasergesintert)

Titan und seine Legierungen lassen sich mechanisch schwer präparieren. Grund dafür sind Verformungsschichten, die erst nach sehr langen chemisch-mechanischen Endpolierschritten (u. U. mit Zwischenätzungen) zufriedenstellend entfernt werden können. Die mehrphasige additiv gefertigte Legierung aus TiAl6V4 muss ebenso wie die reineren Titan-Sorten mit flusssäurehaltigen Ätzlösungen geätzt werden, um unter Hellfeldbedingungen Korngrenzenkontraste zu erzielen. Dazu



**Fig. 33:** TiAl6V4, mechanical preparation, etching according to Keller, edge region with melting beads; bright field.

**Bild 33:** TiAl6V4, mechanische Präparation, Ätzung nach Keller, Randbereich mit Schmelzperlen; Hellfeld.

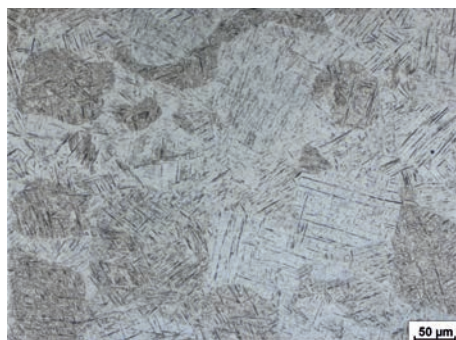
brightfield conditions. These include the etching solutions according to Kroll, Keller or Fuss or variations thereof (Figs. 33–35). The Ti materials with a high  $\alpha$  solid solution content can be observed in polarized light without etching. For a clean representation of the grain boundaries, mechanical preparations are only suitable with reservations, as residual deformations remain even after longer polishing times, making the grain surfaces appear blurred after etching (Fig. 36). It is better to switch to the electro-

zählen die Ätzlösungen nach Kroll, Keller oder Fuss bzw. Abwandlungen davon (Bilder 33–35). Die Ti-Werkstoffe mit hohem Anteil an  $\alpha$ -Mischkristall können bereits ohne Ätzung im polarisierten Licht dargestellt werden. Für eine saubere Darstellung der Korngrenzen sind aber mechanische Präparationen nur bedingt geeignet, da auch nach langen Polierzeiten noch Restverformungen verbleiben, wodurch die Kornflächen nach der Ätzung wie belegt erscheinen (Bild 36). Besser weicht man hier auf die elektrolytische Poliermethode aus. Als



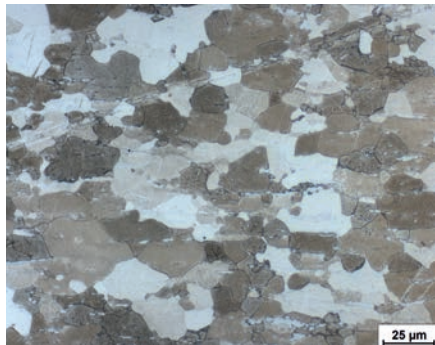
**Fig. 34:** TiAl6V4, mechanical preparation, core structure, etching: Kroll; bright field.

**Bild 34:** TiAl6V4, mechanische Präparation, Kerngefüge, Ätzung Kroll; Hellfeld.



**Fig. 35:** TiAl6V4, electrolytic preparation, core structure, etching: Fuss; bright field.

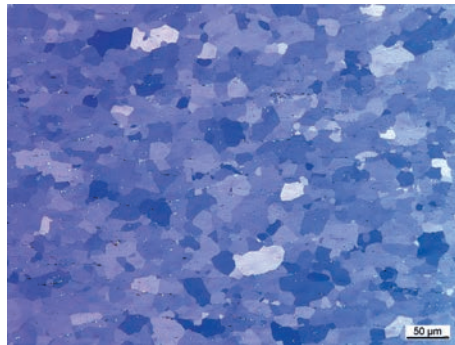
**Bild 35:** TiAl6V4, elektrolytische Präparation, Kerngefüge, Ätzung Fuss; Hellfeld.



**Fig. 36:** Grade 4 titanium, mechanical preparation; residual deformation from grinding and visible on the surface, etching with hydrofluoric acid and sulfuric acid in glycerine; bright field.

**Bild 36:** Titan Grade 4; mechanische Präparation; Restverformung vom Schleifen und auf der Oberfläche sichtbar, Ätzung mit Flußsäure und Schwefelsäure in Glycerin; Hellfeld.

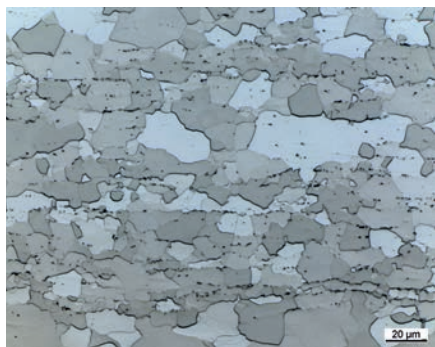
lytical polishing method instead. Only a few finer grinding steps are necessary for preparation. Without etching, clean contrasts can be achieved in polarized light (Fig. 37). Using the hydrofluoric acid containing etchants mentioned above, the grain structure



**Fig. 37:** Grade 4 titanium, electrolytic preparation, unetched, polarized light.

**Bild 37:** Titan Grade 4, elektrolytische Präparation, ungeätzt; polarisiertes Licht.

Vorbereitung sind nur wenige feinere Schleifschritte notwendig. Ohne Ätzung erreicht man im polarisierten Licht bereits saubere Kontraste (Bild 37). Wird dann noch mit den oben erwähnten Flußsäure-Ätzungen kontrastiert, kann auch im Hellfeld die Kornstruktur gut



**Fig. 38:** Grade 4 titanium, electrolytic preparation, etching according to Kroll; bright field.

**Bild 38:** Titan Grade 4, elektrolytische Präparation, Ätzung nach Kroll; Hellfeld.



**Fig. 39:** Grade 4 titanium, electrolytic preparation, etching according to Keller and then color etching according to Weck; bright field.

**Bild 39:** Titan Grade 4, elektrolytische Präparation, Ätzung nach Keller und danach Farbätzung nach Weck; Hellfeld

can clearly be observed in bright field illumination (Fig. 38). Furthermore, color etchings (e. g. according to Weck), which can also be performed after a previous grain boundary etching, are recommended (Fig. 39).

For these materials, electrolytic polishing is thus a great method to represent the conditions for a microstructure that is easy to very easy to evaluate. For these materials, electrolytical polishing is superior to mechanical preparation. However, the known limitations are valid (edge rounding, separation of phases etc.).

## 5. Recommendations for Preparation

The following tables (Tabs. 2–4) are intended to summarize the total parameters achieved by all labs, highlight the best results and provide a general guideline for the preparation of the materials listed here. Other preparation methods are in any case possible and permitted. This way, preparation steps, for example, can be added or omitted. Pressures, times and other polishing parameters depend on the separation process and the sample size, number of samples and the consumables (mounting agent, polishing suspensions, grinding and polishing bases) as well as machines used. These are not listed here. If necessary, these parameters have to be aligned with the existing possibilities. There is no claim for completeness for all the information given here.

Tab. 2 summarizes the options for mechanical preparation.

Tab. 3 provides guidance for an electrolytical preparation of these materials.

Tab. 4 lists some common etching agents that were used during the study.

dargestellt werden (Bild 38). Weiter empfehlen sich Farbätzungen (z. B. nach Weck), die zur besseren Kontrastierung auch nach einer vorangegangenen Korngrenzen-Ätzung durchgeführt werden können (Bild 39).

Die elektrolytische Politur ist für diese Werkstoffe also eine hervorragende Methode, um bereits nach kürzester Zeit die Bedingungen für ein gutes bis sehr gutes auswertbares Mikrokrogefüge darzustellen. Für diese Werkstoffe ist die elektrolytische Politur der mechanischen Präparation qualitativ und auch zeitlich betrachtet überlegen. Allerdings gelten auch hier die bekannten Einschränkungen (Kantenabrundung, Herauslösen von Phasen möglich usw.).

## 5. Empfehlungen für die Präparation

Die folgenden Tabellen (Tabs. 2–4) sollen dazu dienen, die insgesamt erhaltenen Parameter aller Labore unter Sichtung der besten Ergebnisse zusammenzufassen und einen allgemeinen Leitfaden für die Präparation der hier aufgeführten Werkstoffe zu geben. Andere Präparationswege sind auf jeden Fall möglich und zulässig. So können zum Beispiel Präparationsschritte hinzugefügt werden oder auch entfallen. Drücke, Zeiten und andere Polierparameter sind vom Trennprozess und der Probengröße, Anzahl der Proben und den verwendeten Verbrauchsmaterialien (Einbettmittel, Poliersuspensionen, Schleif- und Polierunterlagen) sowie den eingesetzten Maschinen abhängig und werden hier nicht angegeben. Diese Parameter sind im Bedarfsfall an die jeweiligen vorhandenen Möglichkeiten anzupassen. Für alle hier getätigten Angaben besteht kein Anspruch auf Vollständigkeit.

Tab. 2 fasst die Möglichkeiten der mechanischen Präparation zusammen.

Tab. 3 gibt Hinweise für eine elektrolytische Präparation dieser Werkstoffe.

Tab. 4 listet einige gebräuchliche Ätzmittel auf, die im Versuch verwendet wurden.

		Al 99 (cast)	Duplex steel	Ferritic steel (IF)	TiAl6V4	Ti Grade 4	Mg alloy AZ31
<b>Mechanical preparation</b>							
<b>Moun- ting</b>	<b>Recom- mended</b>	Hot or cold mounting in epoxy (hard, low shrinkage)					
	<b>Alternative</b>	Resin with low shrinkage; acrylic or epoxy, resistant to etchants					
<b>Grinding</b>	<b>Recom- mended</b>	SiC #320	SiC #220	SiC #220	SiC #220	SiC #220	SiC #320
	<b>alternative</b>		Diamond in soft bond #220	Diamond in soft bond #220	Diamond in soft bond #220	Diamond in soft bond #220	
<b>Fine grinding</b>	<b>recom- mended</b>	SiC #1000  SiC #2000	Diamond 9 µm on hard fine grinding disc	Diamond 9 µm on hard fine grinding disc	Diamond 9 µm on hard fine grinding disc	Diamond 9 µm on hard fine grinding disc	SiC #1000  SiC #2000
	<b>alternative</b>	Diamond 9 µm on medium hard cloth	SiC #1000  SiC #2000	SiC #1000  SiC #2000	SiC #1000  SiC #2000	SiC #1000  SiC #2000	Diamond 9 µm on medium hard cloth
<b>Poli- shing 1</b>	<b>recom- mended</b>	Diamond 3 µm on medium- hard cloth	Diamond 3 µm on hard cloth	Diamond 3 µm on hard cloth	-	-	Diamond 3 µm on medium- hard cloth
<b>Poli- shing 2</b>	<b>optional</b>	Diamond 1µ or finer on soft cloth	Diamond 1µ or finer on soft cloth	Diamond 1µ or finer on soft cloth	-	-	Diamond 1µ or finer on soft cloth, waterfree
<b>Polishing 3</b>	<b>recom- mended</b>	Colloidal SiO <sub>2</sub> on neoprene or soft cloth	Colloidal SiO <sub>2</sub> on neoprene or soft cloth	Colloidal SiO <sub>2</sub> on neoprene or soft cloth	Colloidal SiO <sub>2</sub> on neoprene or soft cloth	Colloidal SiO <sub>2</sub> on neoprene or soft cloth	Colloidal SiO <sub>2</sub> on neoprene or soft cloth
	<b>Additive for col- loidal SiO<sub>2</sub></b>	Not necessary	Not neces- sary, but colloidal SiO <sub>2</sub> can be mixed with H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> and NH <sub>4</sub> OH (100:5)	Not neces- sary	Colloidal SiO <sub>2</sub> mixed with H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> and NH <sub>4</sub> OH (100 : 10)		Colloidal SiO <sub>2</sub> mixed with water- free lubricant (1 : 1); add some droplets of nitric acid
<b>Remarks</b>		Low force at last polishing steps			Polishing steps 1 and 2 can be skipped  Long final polish- ing times (> 15 min)	Polishing steps 1 and 2 can be skipped  Very long final polish- ing times (> 30 min)	Low force at last polish- ing steps  Longer final polish- ing time (> 10 min)  Prevent contact with water after Polishing 1

**Tab. 2:** Options of mechanical preparation for the materials from the joint test.**Tab. 2:** Möglichkeiten der mechanischen Präparation für die Werkstoffe aus dem Gemeinschaftsversuch.

	Al 99 (cast)	Duplex steel	Ferritic steel (IF)	TiAl6V4	Ti Grade 4	Mg alloy AZ31	
<b>Electrolytic preparation</b>							
<b>Mounting</b>		Generally, not necessary if sample is large enough or edge retention is not demanded					
	<b>Recommended</b>	Cold mounting in epoxy (hard, low shrinkage)					
	<b>Alternative</b>	Hot mounting; sandwich mount of epoxy with conductive resin					
<b>Grinding</b>	<b>Recommended</b>	SiC #320	SiC #220	SiC #220	SiC #220	SiC #220	SiC #320
	<b>Alternative</b>	SiC #500	Diamond in soft bond #220	Diamond in soft bond #220	Diamond in soft bond #220	Diamond in soft bond #220	SiC #500
<b>Fine grinding</b>	<b>Optional 1</b>	SiC #1000 SiC #2000	SiC #1000	SiC #1000	SiC #1000	SiC #1000	SiC #1000 SiC #2000
	<b>Optional 2</b>	SiC #4000	SiC #2000		SiC #2000	SiC #2000	SiC #4000
<b>Electrolyte for polishing Parameters</b>	<b>Recommended</b>	Mixtures of ethanol, butoxyethanol, water, perchloric acid					
	<b>Alternative</b>	Mixtures of methanol, butoxyethanol, perchloric acid					Perchloric acid in acetic acid
	<b>Voltage</b>	25–40V					30–60V
<b>Electrolyte for etching Parameters</b>	<b>Recommended</b>	Tetrafluoroboron acid (Barker)	Oxalic acid in water	Same as for polishing	-	-	Etching starts after polishing step
	<b>Alternative</b>		NaOH in water	Nitric acid in water	-	-	
	<b>Voltage</b>	25–30V	5–15V	1–5V	-	-	
<b>Remarks</b>	<b>General</b>	Fine grinding steps improves surface quality but are not essential necessary. Longer polishing times decrease surface roughness. Cooling while electrolytic polishing (high current flow) recommended					
		Polarized light necessary for grain size evaluation	Double etching is possible	Poor etching contrast in perchloric acid		Grain size evaluation possible in polarized light after polishing	Fast etching after contact with electrolyte. No water cleaning  Deep cooling of electrolyte recommended

**Tab. 3:** Electrolytic preparation options for materials from the joint test.

**Tab. 3:** Elektrolytische Präparationsmöglichkeiten für die Werkstoffe aus dem Gemeinschaftsversuch.

Al 99 (cast) / Al 99 (Guss)	Duplex steel / Duplex-Stahl	Ferritic steel (IF) / Ferritischer IF-Stahl	TiAl6V4	Ti Grade 4	Mg alloy AZ31 / Magnesium- legierung AZ31
Keller Kroll Fuss (containing hydro- fluoric acid!) / (enthält Flusssäure!) Aqueous sodium hydroxide solution (5–20%) / Wässrige Natriumhydroxid- Lösung (5–20%)	Beraha II V2A-etchant / V2A-Beize Lichtenegger & Bloech modified Murakami / modifizierte Murakami- Lösung	Nital (1–3%) Picral (1–3%) V2A- etchant / V2A-Beize Klemm I	Keller Kroll Fuss (containing hydrofluoric acid!) / (enthält Flusssäure!)	Keller Kroll Fuss Weck (containing hy- drofluoric acid!) / enthält Flusssäure! Double etching possible / Doppelätzung möglich	Nital Picric acid / Pikrinsäure Acetic acid / Essigsäure

**Tab. 4:** Chemical etchants for the contrasting of the materials from the joint test via dip etching.

**Tab. 4:** Chemische Ätzmittel zur Kontrastierung der Werkstoffe aus dem Gemeinschaftsversuch mittels Tauchätzung.

## 6. Discussion

After completing the study and reviewing the results, the time and the preparation results gained were put in relation. Fig. 40 shows an example of which grinding quality can be expected from which method in which amount of time. This classification should be seen as a rough guideline and always under the aspect of experience and know-how as well as the technical possibilities of the metallographer.

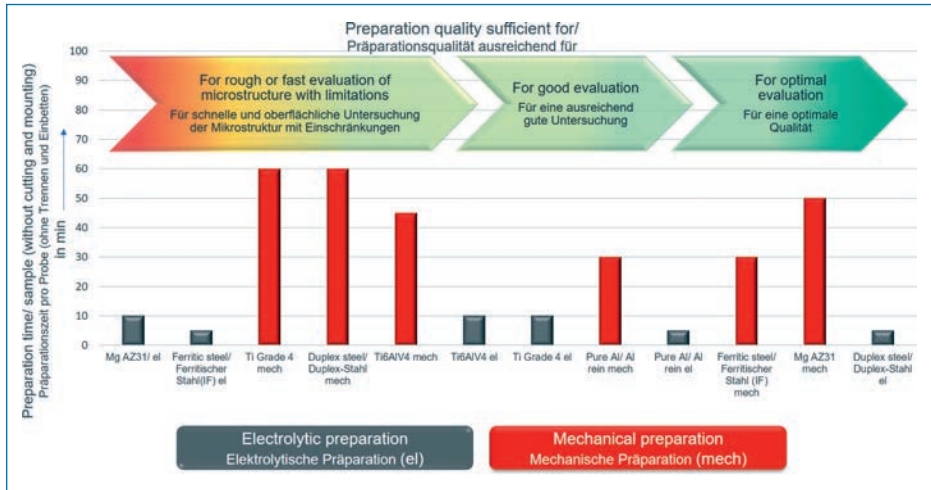
It can be stated that electrolytic preparation can be a viable alternative for general microstructure observations both in terms of time as well as the surface quality achieved. This particularly applies to titanium materials, high-alloyed steels (here: duplex steel) as well as low-alloyed aluminium-materials. For these materials, a mechanical preparation is always more time-consuming and usually delivers worse quality.

## 6. Diskussion

Nach Abschluss des Versuches und Sichtung der Ergebnisse wurde der zeitliche Aufwand mit dem erreichten Präparationsergebnis in Relation gesetzt. Bild 40 zeigt exemplarisch, welche Schliifqualität mit welchem Verfahren in welcher Zeit erwartet werden kann. Diese Einteilung ist als grobe Richtlinie zu sehen und auch immer unter dem Gesichtspunkt der Erfahrung und dem Knowhow sowie den technischen Möglichkeiten des Metallographen zu betrachten.

Es kann festgestellt werden, dass für allgemeine Gefügebetrachtungen die elektrolytische Präparation sowohl bezogen auf den zeitlichen Aufwand als auch auf die erreichte Oberflächenqualität eine sinnvolle Alternative darstellen kann. Das betrifft vor allem Werkstoffe, wie Titan-Werkstoffe, hochlegierte Stähle (hier Duplex-Stahl), als auch niedriglegierte Aluminium-Werkstoffe. Für diese ist eine mechanische Präparation immer aufwändiger und meist auch mit einer etwas schlechteren Oberflächengüte verbunden.





**Fig. 40:** Selection of preparation method depending on required preparation time and quality.

**Bild 40:** Auswahl des Präparationsverfahrens in Abhängigkeit von der erforderlichen Präparationszeit und notwendigen Probenqualität.

For other materials like ferritic steels (IF steel) with non-metallic inclusions or magnesium alloys (AZ31), mechanical preparation can be the better alternative, as inclusions can be separated or the material itself reacts upon contact with aqueous electrolytes. Again, however, the mechanical preparation times are significantly higher. If you can accept the limitations just mentioned, electrolytic preparation is also an alternative for these materials, although you have to accept some cuts in terms of quality and analyzability. The ideal parameter selection for electrolytic preparation is usually more time-consuming and complex.

## 7. Summary

As part of the joint test, different materials were mechanically and electrolytically prepared. While the electrolytic preparation is a fast method with high preparation quality for pure and low-alloy aluminium, titanium-

Für andere Werkstoffe, wie ferritische Stähle (IF-Stahl) mit nichtmetallischen Einschlüssen oder Magnesium-Legierungen (AZ31), kann die mechanische Präparation die bessere Alternative sein, da Einschlüsse herausgelöst werden können oder der Werkstoff selbst durch den Kontakt mit wässrigen Elektrolyten reagiert. Allerdings sind auch hier die mechanischen Präparationszeiten wesentlich höher. Kann man mit den eben erwähnten Einschränkungen leben, so ist auch für solche Werkstoffe die elektrolytische Präparation eine schnelle Alternative, bei der man aber hinsichtlich Qualität und Auswertbarkeit ggf. Abstriche in Kauf nehmen muss. Die optimale Parameterfindung für die elektrolytische Präparation ist in der Regel aufwändiger und komplexer.

## 7. Zusammenfassung

In Zuge des Gemeinschaftsversuches wurden verschiedene Werkstoffe mechanisch und elektrolytisch präpariert. Während die elektrolytische Präparation für reines und niedrig legiertes Aluminium, Titanlegierungen oder

alloys or corrosion-resistant steels (here: Duplex-steel), mechanical preparation should be preferred for Mg alloys or ferritic steels (depending on the aim of the examination). Very often, both methods can be combined so the benefit of good edge retention in mechanical preparation, where phases and inclusions are maintained, are coupled with the reproducibility of electrolytic etching. The often higher technical and financial effort necessary for electrolytic preparation equipment can be compensated due to significantly shortened preparation times for a high sample volume with sufficient quality. For mechanical preparations, higher requirements in terms of sample preparation (embedding) are often necessary. Both methods have their justification and provide advantages as well as disadvantages. The material has to be examined on a case-to-case basis to find out which methods should take precedence.

## Acknowledgements

The authors want to thank the following companies for the active participation in the joint test and providing the samples.

Gustav Grimm Edelstahlwerk GmbH & Co. KG Remscheid, Hochschule Aalen, IFAM Bremen, IWT Bremen, Leibniz-Universität Hannover (IW), Liebherr Aerospace Lindenberg, MTU München, MPA Darmstadt, Robert Bosch GmbH Renningen, Salzgitter Mannesmann Forschung GmbH, Struers GmbH Willich, TÜV Süd Stuttgart, Zapp Precision Metals GmbH Schwerte.

Furthermore, we want to thank the members of the work group "sample preparation" for the lively discussions.

korrosionsbeständige Stähle (hier: Duplex-Stahl) ein sehr schnelles Verfahren mit hoher Präparationsgüte darstellt, ist für Mg-Legierungen oder ferritische Stähle (abhängig vom Untersuchungsziel) die mechanische Präparation vorzuziehen. Sehr häufig können beide Verfahren kombiniert werden, so dass der Vorteil einer randscharfen mechanischen Präparation unter Erhalt von Phasen und Einschlüssen mit der Reproduzierbarkeit der elektrolytischen Ätzung gekoppelt werden kann. Der meist höhere technische und finanzielle Aufwand für elektrolytische Präparationsgeräte kann aufgrund stark verkürzter Präparationszeiten für ein hohes Probenaufkommen mit ausreichender Präparationsqualität kompensiert werden. Für mechanische Präparationen sind oft höhere Anforderungen an die Probenvorbereitung (Einbettung) erforderlich. Beide Verfahren haben ihre Berechtigung und weisen damit Vor- und Nachteile auf. Im Einzelfall muss immer am Werkstoff geprüft werden, inwieweit welches Verfahren Vorrang haben kann.

## Danksagung

Die Autoren danken den folgenden Firmen für die aktive Teilnahme am Gemeinschaftsversuch und für die Bereitstellung von Proben:

Gustav Grimm Edelstahlwerk GmbH & Co. KG Remscheid, Hochschule Aalen, IFAM Bremen, IWT Bremen, Leibniz-Universität Hannover (IW), Liebherr Aerospace Lindenberg, MTU München, MPA Darmstadt, Robert Bosch GmbH Renningen, Salzgitter Mannesmann Forschung GmbH, Struers GmbH Willich, TÜV Süd Stuttgart, Zapp Precision Metals GmbH Schwerte.

Weiterhin allen Mitgliedern des Arbeitskreises „Probenpräparation“ herzlichen Dank für angeregte Diskussionen.

## References / Literatur

- [1] Petzow, G.: Metallographisches, Keramographisches und Plastographisches Ätzen. 6. Auflage Gebrüder Borntraeger, Berlin, Stuttgart.
- [2] Schumann, H.; Oettel, H.: Metallografie. 14. Auflage, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.
- [3] ASTM International E 407–07. Standard Practice for Microetching Metals and Alloys.

## Bibliography

DOI 10.3139/147.110610

Pract. Metallogr. 56 (2019) 11; page 692–718

© Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG  
ISSN 0032–678X

### 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.

### Ute Teuber



was trained as a materials tester and metallographer at the Institut für Werkstoffkunde Hannover of the Leibniz Universität Hannover and has been working at the institute again since 2008. In the meantime, she worked for 2 years in plastics research at the TU

Braunschweig and for 10 years in the aluminium industry.