

Metallography

Panya Buahombura
School of Metallurgical Engineering
Suranaree University of Technology

Metallography

Macroscopic Examination

- Visualization and Evaluation of Macrostructure by Etching
- Application of Macro-etching
- Printing Method (Sulfur Printing)

Microscopic Examination

- Sample selection
- Sectioning
- Mounting
- Grinding
- Polishing
- Etching
- Optical Microscope

Macroscopic Examination

การตรวจสอบโครงสร้างมหภาค

คุณลักษณะที่เห็นได้จากการตรวจสอบโครงสร้างมหภาค (Classification of Macro-Etching Features)

- ▶ รายละเอียดของโครงสร้างที่เป็นผลมาจากการแข็งตัว หรือจากการขึ้นรูป (structure detail from solidification or working)
- ▶ ความสม่ำเสมอทางเคมี (chemical uniformity) และการแยกตัวของธาตุผสม (segregation)
- ▶ ตำหนิและจุดบกพร่องต่างๆ (defects)
- ▶ โครงสร้างบริเวณรอยเชื่อม (weldment and HAZ zone)
- ▶ ชั้นผิวที่เกิดจากการชุบแข็ง (case hardening processes)
- ▶ การไหลของเกรนที่เกิดจากการขึ้นรูป (grain flow or fibrous structure)
- ▶ การแยกตัวและการกระจายตัวของซัลเฟอริในเหล็กกล้าหล่อ (distribution of sulfide globules in cast steel)

การตรวจสอบโครงสร้างมหภาค (Evaluation of microstructure by etching)

- ▶ ใช้ในการควบคุมคุณภาพ (routine quality control)
- ▶ ใช้วิเคราะห์ความเสียหายของวัสดุ (failure analysis)
- ▶ ใช้ในการศึกษาและวิจัย
- ▶ ขั้นตอนในการเตรียมตัวอย่างไม่ยุ่งยาก
- ▶ การตรวจสอบสามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า หรือกล้องที่มีกำลังขยายต่ำ
- ▶ ใช้ตรวจสอบได้กับชิ้นงานที่มีขนาดใหญ่เพื่อให้เห็นภาพรวมของโครงสร้าง

การเตรียมตัวอย่างเพื่อตรวจสอบโครงสร้างมหภาค

Macro-Sample Preparation

- ❑ ทำการเลือกตัวอย่างที่จะทำการตรวจสอบ (selection of the samples)
- ❑ พิจารณาพื้นผิวและทิศทางที่จะทำการตรวจสอบ (choice of surface orientation)
- ❑ ทำการเตรียมผิวชิ้นงานทดสอบ (proper preparation of sample surface)
- ❑ เลือกสารเคมีในการกัดผิวให้เหมาะสม (selection of the best etchant)
- ❑ ทำการ etch โดยควบคุมอุณหภูมิและเวลาให้เหมาะสม (control of etchant temperature and etch time)
- ❑ บันทึกผลที่ได้จากการตรวจสอบ (documentation the test results)

สารเคมีที่ใช้ในการกัดผิวเพื่อตรวจสอบโครงสร้างมหภาค

Macro Etchant

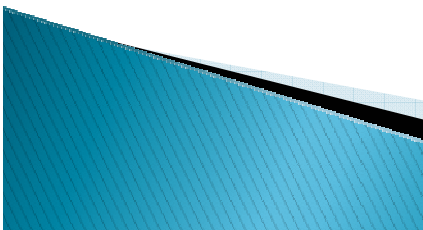
For Aluminum (Al)

Macroetching

Grinding on SiC papers down to 800 grit is sufficient.

No.	Material	Etchant	Conditions
Al M1	Al 99.99-98 and all alloys Reveals oxides, cracks, etc.	100 mL distilled water 5-20 g sodium hydroxide	5 min to 1 h At RT or up to 50 °C
Al M2	Cu-, Mn-, Si-, Mg-, and Ti-containing Al alloys Foundry alloys with high Si content	75 mL hydrochloric acid 32% 25 mL nitric acid 65% 5 mL hydrofluoric acid 40%	Seconds to minutes Use only fresh solution. If necessary dilute with 25 mL distilled water. Rinse sample with warm water. !!! See section 4.4 in the Appendix.
Al M3	Al alloys Pure Al	90 mL distilled water 15 mL hydrochloric acid 32% 10 mL hydrofluoric acid 40% (Flick's etchant)	5 s to 3 min !!! See section 4.4 in the Appendix.
Al M4	Common Al alloys and pure Al Al-Mn, Al-Mg, Al-Mg-Mn, and Al-Mg-Si alloys Grain size. Rolling texture. Welds Is also used as a microetchant	20 (50) mL distilled water 20 (15) mL hydrochloric acid 32% 20 (25) mL nitric acid 65% 5 (10) mL hydrofluoric acid 40% (Keller's etchant)	1-3 min !!! See section 4.4 in the Appendix.
Al M5	Pure Al, Mn-Al, Si-Al, Mg-Al, and Mg-Si-Al alloys	25 mL distilled water 45 mL hydrochloric acid 32% 15 mL nitric acid 65% 15 mL hydrofluoric acid 40% (Tucker's etchant)	Seconds to minutes Use fresh solution. !!! See section 4.4 in the Appendix.
Al M6	Surface defects Pure Al	100 mL distilled water 5.5 mL sulfuric acid 95-97%	Seconds to minutes

If the surface becomes smudged after macroetching, remove with an aqueous solution of nitric acid (1:1).



สารเคมีที่ใช้ในการกัดผิวเพื่อตรวจสอบโครงสร้างมหภาค

Macro Etchant

For Copper (Cu)

Macroetching

No.	Material	Etchant	Conditions
Cu	Pure Cu	120 mL distilled water or ethanol 96%	A few min
M1	Dendrite formation in alpha alloys All brass types. Al bronzes Grain-contrast etchant	30 mL hydrochloric acid 32% 10 g iron (III) chloride (Concentration variable)	
Cu	Pure Cu	90 mL distilled water	A few min
M2	All brasses Grains and cracks	10-60 mL nitric acid 65%	
Cu	Pure Cu	50 mL distilled water	Seconds to minutes
M3	For all Cu types and Cu alloys Deep etchant	50 mL nitric acid 65% 5 g silver nitrate	
Cu	Pure Cu	50 mL distilled water	Seconds to minutes
M4	Brasses Grain-contrast etchant	50 mL nitric acid 65%	
Cu	Brasses	100 mL distilled water	Seconds to minutes
M5	Co-containing brass	25 g ammonium persulfate	
Cu	Si-containing brasses and	100 mL distilled water	Seconds to minutes
M6	bronzes	50 mL nitric acid 65% 8 mL sulfuric acid 95-97% 40 g chromium (VI) oxide 7.5 g ammonium chloride	!!! See section 4.4 in the Appendix.
Cu	Brasses	(a) 100 mL distilled water	Seconds to minutes
M7	To reveal stresses Stressed parts will crack after a while.	1 g mercury (II) nitrate (b) 100 mL distilled water 1 mL nitric acid 65%	Mix (a) and (b), 1:1 The time the sample takes to crack is a measure for the amount of stresses present. !!! See section 4.4 in the Appendix.

สารเคมีที่ใช้ในการกัดผิวเพื่อตรวจสอบโครงสร้างมหภาค

Macro Etchant

For Iron (Fe)

Macroetching

Preparation: Grinding on SiC papers down to 500 grit.

No.	Material	Etchant	Conditions
Fe M1	All unalloyed and low-alloy steels Microalloy steels Manganese steels Welds	100 mL distilled water 10 g ammonium persulfate	Wipe vigorously with cotton after etching.
Fe M2	Unalloyed and low-alloy steels Carburized and decarburized zones Segregations	90 mL ethanol 96% 10 mL nitric acid 65%	1–5 min Deep etch
Fe M3	Flow lines in low carbon N ₂ steels Converter steels	100 mL distilled water 120–180 mL hydrochloric acid 32% 45–90 g copper (II) chloride (Fry's reagent)	5–20 min Heat treat before etching at 150–200 °C for 5–30 min. After etching immerse into hydrochloric acid 32%, rinse in water and neutralize in a 32% ammonium hydroxide solution.
Fe M4	Unalloyed steel Free-cutting steel. Presence, distribution, and direction of sulfide inclusions	100 mL distilled water 5 mL sulfuric acid 95–97% (Sulfur print) (Baumann print)	Saturate photographic paper with the mixture and press well onto the sample surface. Rinse after exposure of 3 min, fix (photographic fixer), wash, and dry. S-containing regions show brown discoloration.

สารเคมีที่ใช้ในการกัดผิวเพื่อตรวจสอบโครงสร้างมหภาค

Macro Etchant

For Iron (Fe)

Fe	Unalloyed and alloy steels	500 mL distilled water	Seconds to minutes
M5	Segregations Primary structures Banded structure	500 mL ethanol 96% 42 mL hydrochloric acid 32% 30 g iron (III) chloride 1 g copper (II) chloride 0.5 g tin (II) chloride Add hydrochloric acid last. (Oberhoffer's reagent)	Surface must be polished. Rinse in a 4:1 mixture of ethanol and hydrochloric acid. Regions containing fewer alloying elements appear dark.
Fe	Phosphorus segregations in low-carbon steels. Banded structure	100 mL distilled water	2-10 min
M6	Primary structures Grain contrast	9 g copper (II) ammonium chloride (Heyn's reagent)	Wipe Cu deposit off with cotton under running water.
Fe	High-alloy, corrosion-resistant steels	25 mL distilled water	Rub sample surface vigorously with cotton.
M7		10 g copper (II) ammonium chloride After dissolution add: 50 mL hydrochloric acid 32% 15 g iron (III) chloride (Adler's reagent)	
Fe	Austenitic and heat-resistant steels	50 mL hydrochloric acid 32%	Seconds to minutes
M8	FeCrNi-cast alloys	25 mL saturated aqueous copper (II) sulfate solution (Marble's reagent)	

หลักการในการแสดงให้เห็นโครงสร้างมหภาค

Visualization of Macrostructure by Etching

□ เมื่อผิวชิ้นงานโลหะที่เตรียมไว้ทำปฏิกิริยากับสารเคมีที่ใช้ในการกัดผิว (macro etchant)

– บริเวณที่มีความไม่สม่ำเสมอ องค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกัน

– ขอบเกรน

– จุดบกพร่อง

– สารที่แยกตัวออกมาจากเนื้อโลหะ

– หรือบริเวณต่างๆ ของโลหะที่ผ่านการขึ้นรูปมาในปริมาณที่ต่างกัน (บริเวณที่ได้รับแรงกระทำจะทำให้บริเวณนั้นมีความหนาแน่นของ **dislocation** มาก โครงผลึกเกิดการบิดเบี้ยวมาก เป็นบริเวณที่มีการสะสมของพลังงานค่อนข้างสูง ทำให้เกิดปฏิกิริยาหรือการเปลี่ยนแปลงได้ง่ายเมื่อเกิดการกัดกร่อนจากสารเคมีหรือได้รับความร้อน)

บริเวณเหล่านี้จะถูกกัดหรือทำปฏิกิริยากับสารเคมีที่ใช้กัดผิวด้วยอัตราที่เร็วกว่าบริเวณอื่น และแสดงให้เห็นเป็นลวดลายในลักษณะต่างๆ กัน

Applications of Macro-etching

- ▶ Solidification Structures

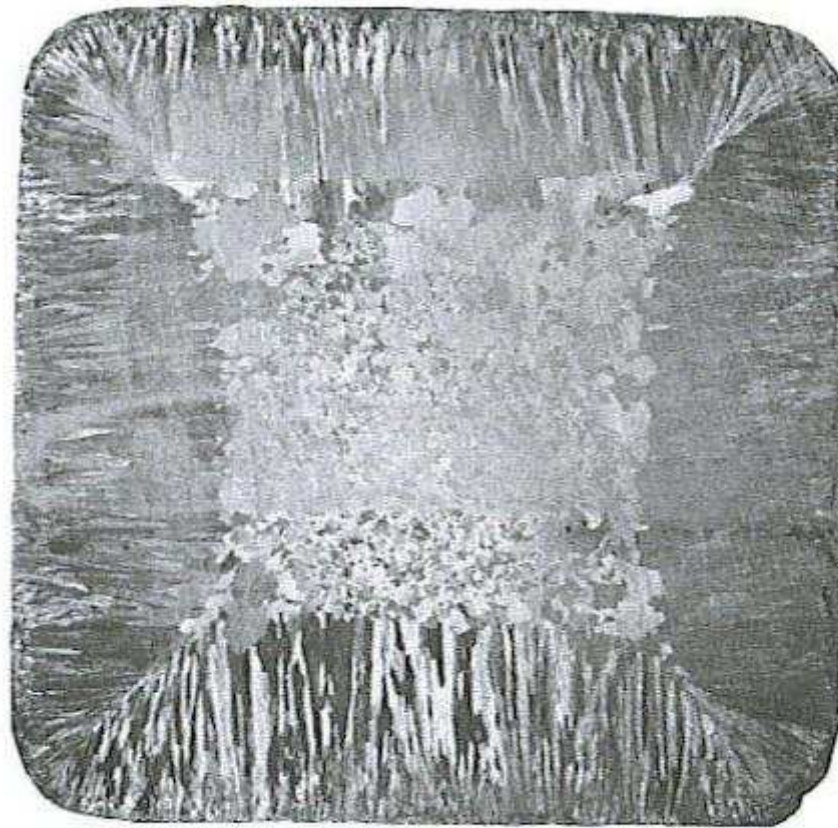


Figure 1-1 Cold etch of disc cut from small ingot (10% aqueous HNO_3).

School of Metallurgical Engineering,
SUT

Applications of Macro-etching

- ▶ Solidification Structures

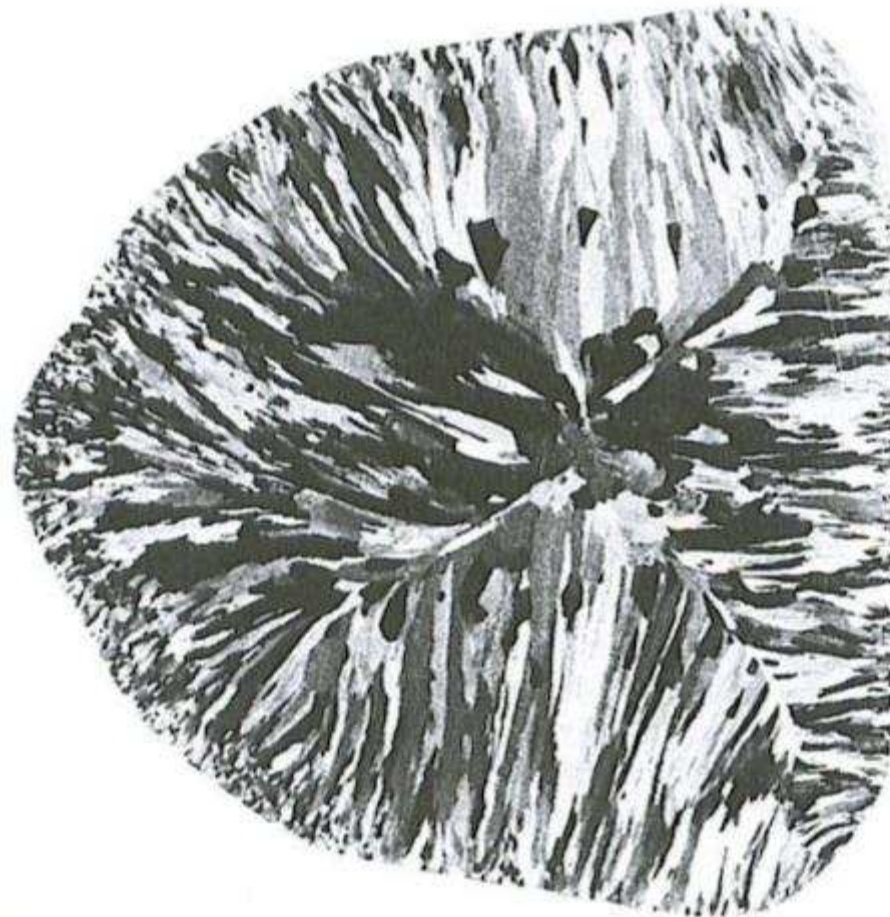


Figure 1-2 Macrostructure of centrifugally cast 99.8% aluminum after a minor amount of reduction ($3\frac{1}{4}\times$; etchant, solution of 5 mL HNO_3 , 5 mL HCl , 5 mL HF , and 95 mL H_2O). (Courtesy of R. D. Buchheit, Battelle-Columbus Laboratories.)

Applications of Macro-etching

- ▶ Solidification Structures

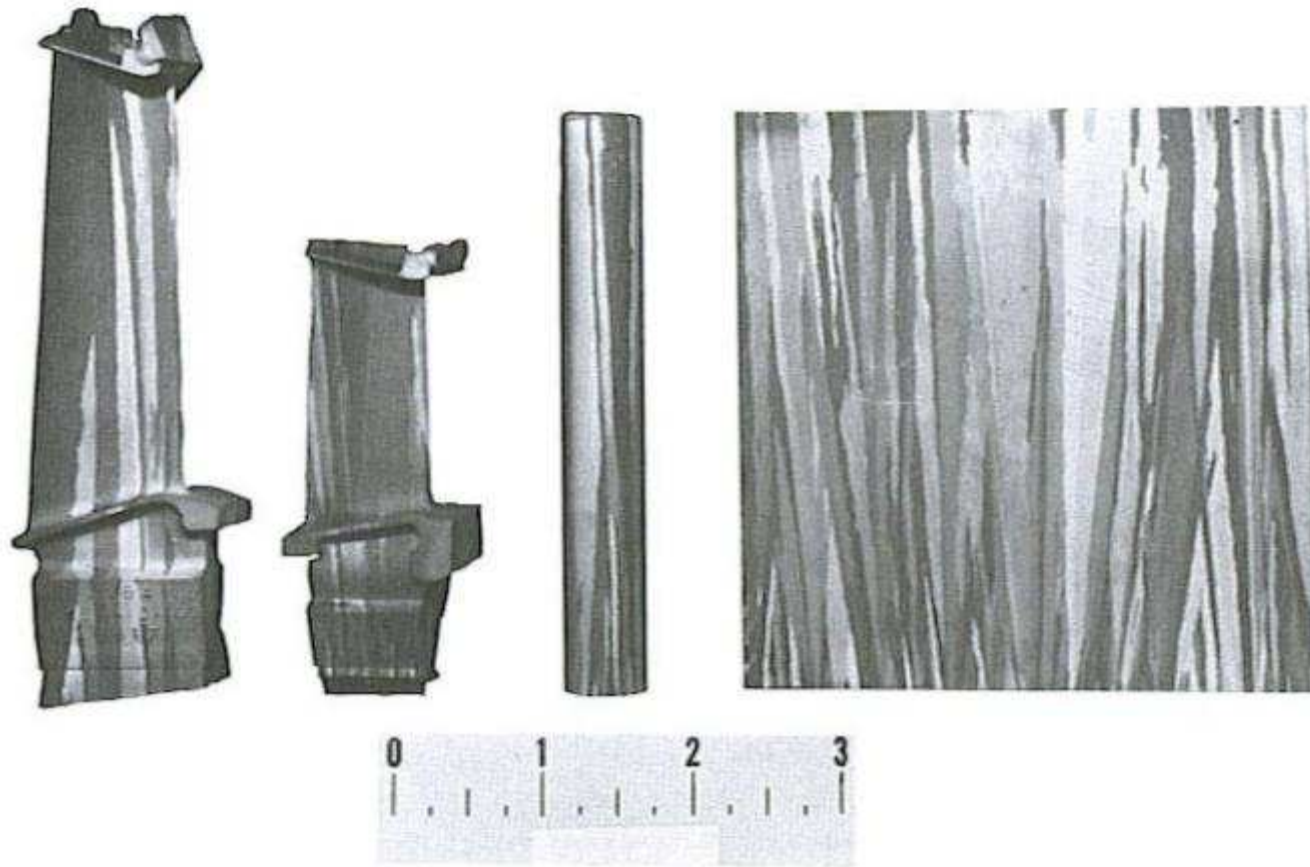


Figure 1-3 Macrostructure of directionally solidified nickel-base eutectic alloy (etchant, solution of 1 mL H_2O_2 and 99 mL HCl). (Courtesy of W. Yankausas, TRW, Inc.)

Applications of Macro-etching

- ▶ Billet and Bloom Macrostructures



Figure 1-5 Hot-acid etching of this 9-in square disc of AISI 4142 alloy steel revealed ingot pattern and inclusion pits.

Applications of Macro-etching

- ▶ Billet and Bloom Macrostructures



Figure 1-6 Hot-acid etching of this disc from an AISI 4140 alloy steel billet revealed entrapped gas, heavy segregation, voids, and ingot pattern.

Applications of Macro-etching

- ▶ Billet and Bloom Macrostructures

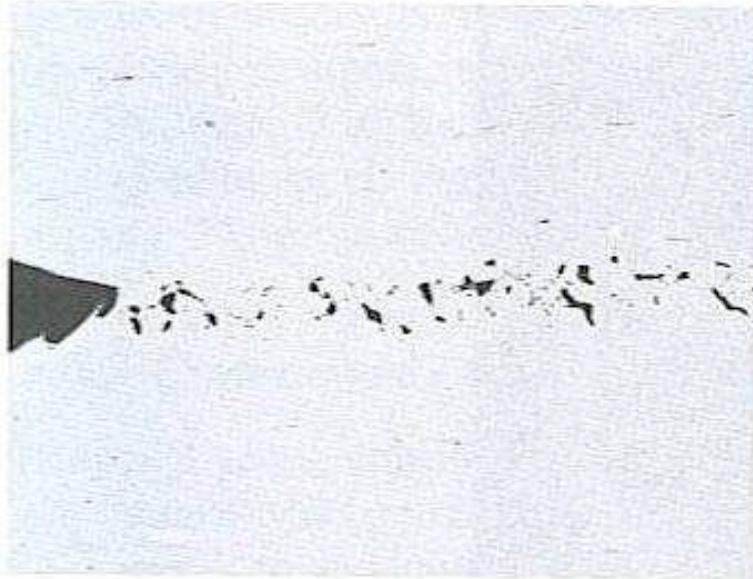


Figure 1-7 Microstructure in central region of etch disc shown in Fig. 1-6 revealing an open pipe condition and segregation (unetched, 25 \times ; etched with 2% nital, 50 \times).

Applications of Macro-etching

- ▶ Continuously Cast Steel Macrostructures

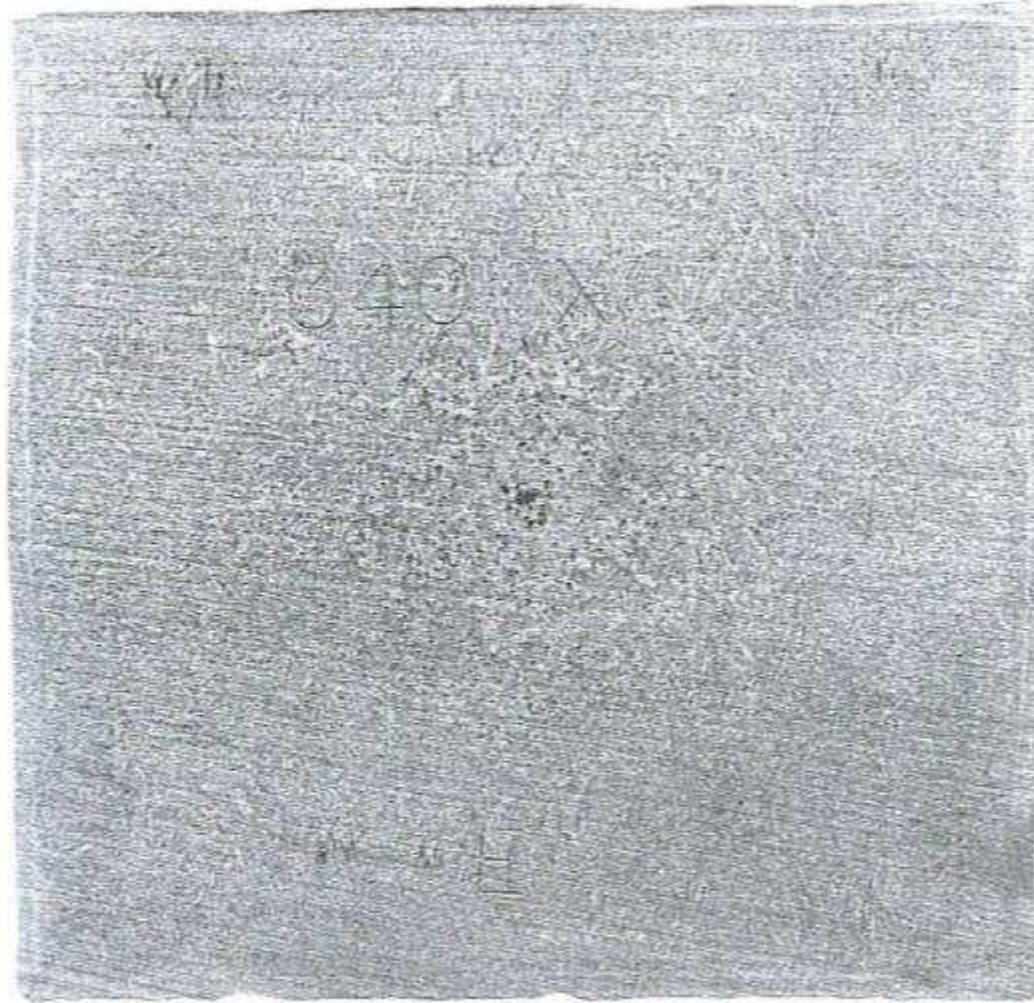


Figure 1-12a Hot-acid etching of a transverse disc from continuously cast AISI 1045 carbon steel revealed coarser dendrites at top compared to bottom, light center segregation, and halfway cracks. (Courtesy of M. Schmidt, Bethlehem Steel Corp.)

Applications of Macro-etching

- ▶ Continuously Cast Steel Macrostructures



Figure 1-12b Hot-acid etching of a longitudinal disc from the center of the disc shown in Fig. 1-12a revealed the extent of the open center condition. (*Courtesy of M. Schmidt, Bethlehem Steel Corp.*)

Applications of Macro-etching

- ▶ Dendrite Arm Spacing



9X

Figure 1-17 Dendrites observed on a broken section of cast iron.

Applications of Macro-etching

- ▶ Forging Flow Lines

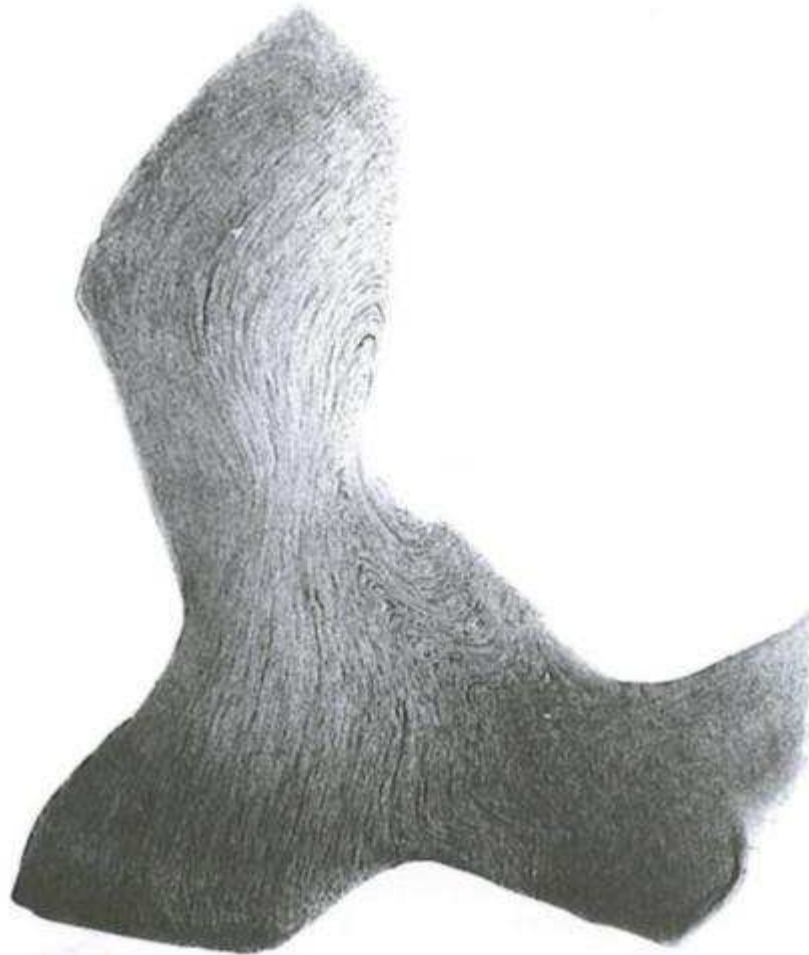


Figure 1-18a Flow lines in closed-die-forged AISI 4140 steering knuckle revealed by hot etching with 50% aqueous HCl ($1/2\times$).

Applications of Macro-etching

- ▶ Weldments

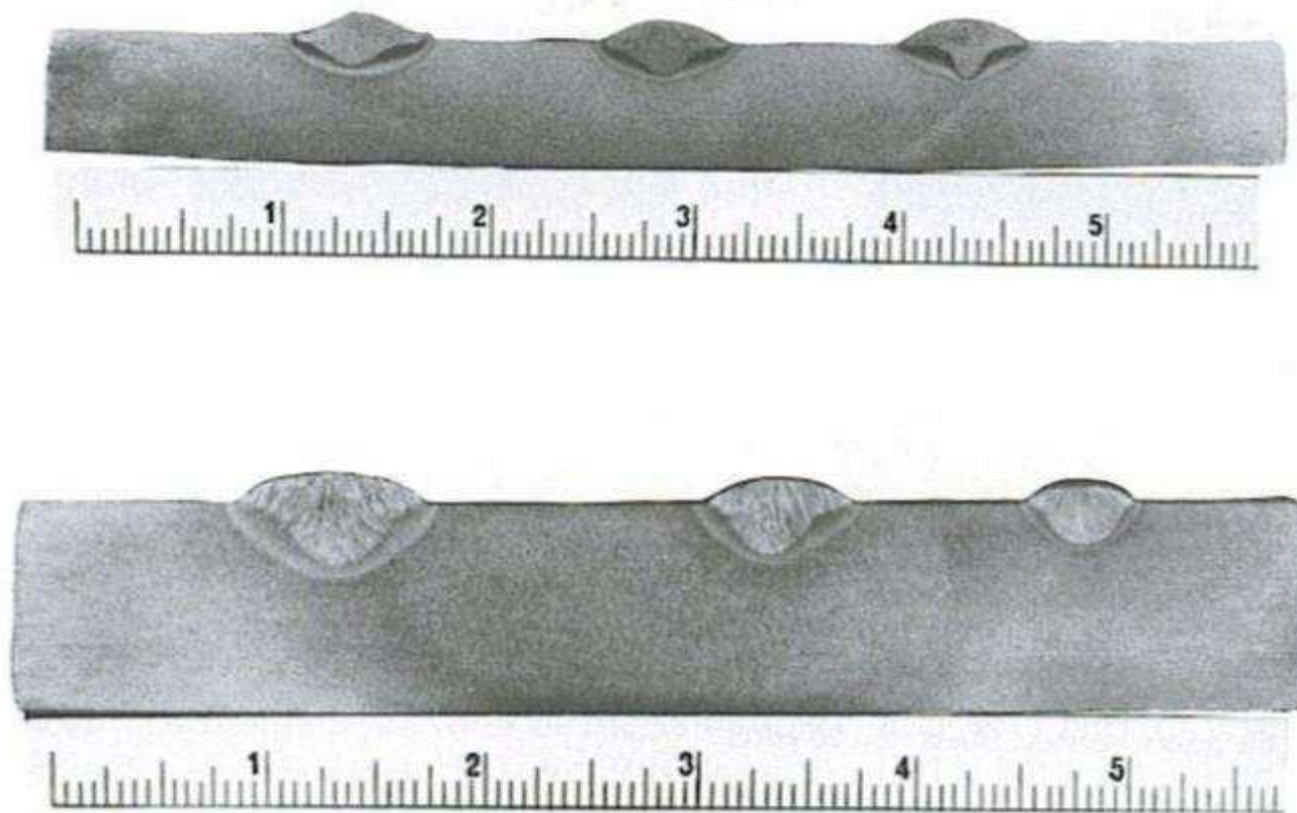


Figure 1-23 Macroetching used to reveal the influence of weld parameters on penetration depth and shape. Top example shows GMA (gas-metal arc) welds at a heat input of 45 kJ/in using atmospheres of 100% CO₂, argon plus 25% CO₂, and argon plus 2% O₂ (left to right). Bottom example shows submerged arc welds using heat inputs of 90, 60, and 30 kJ/in (left to right). (The etchant was 10% aqueous HNO₃.)

Applications of Macro-etching

▶ Case hardening

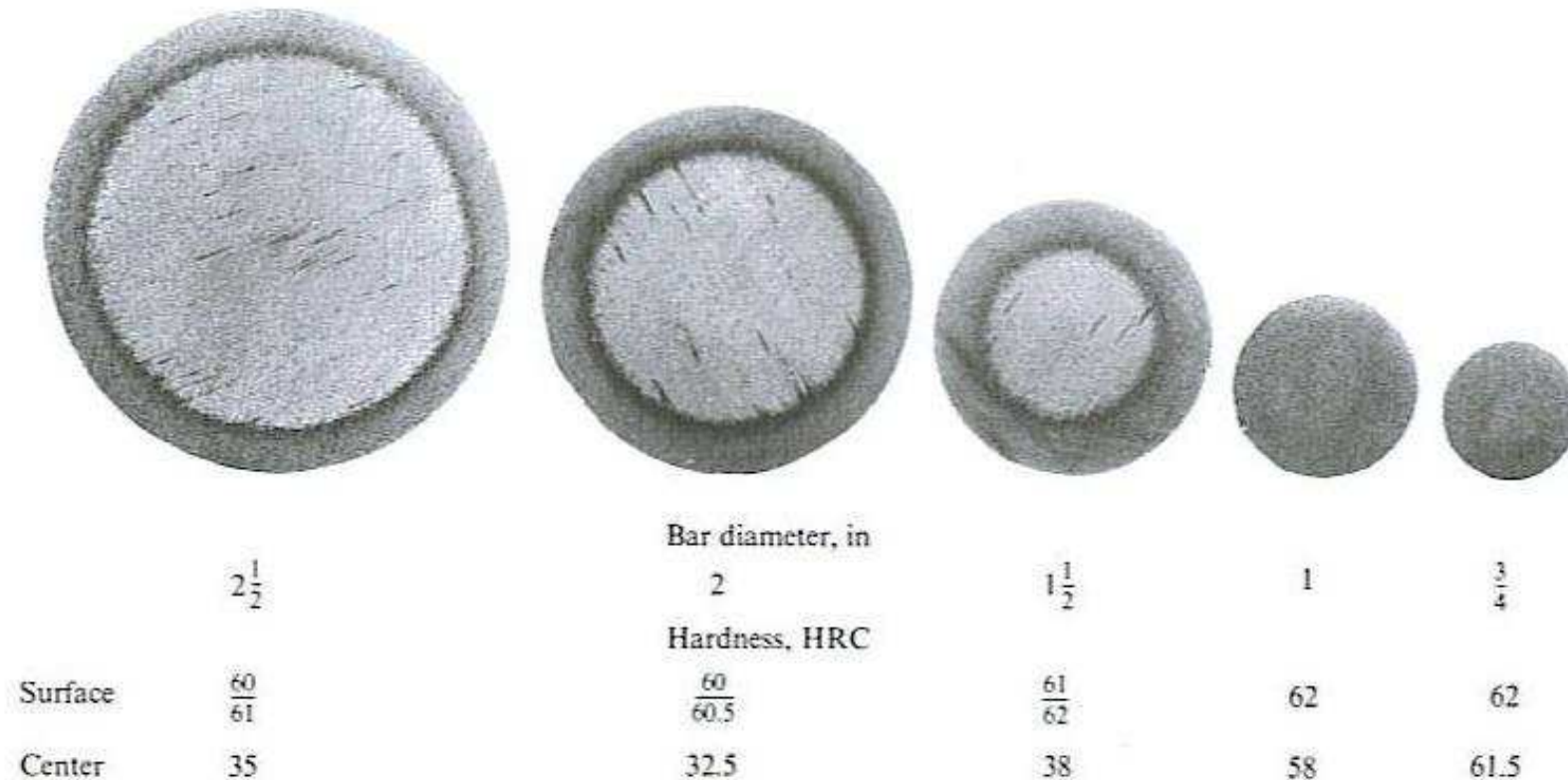


Figure 1-31 Macroetching (10% aqueous HNO_3) was used to reveal the extent of hardening in these AISI 1060 carbon steel round bars.

Applications of Macro-etching

- ▶ Induction hardening

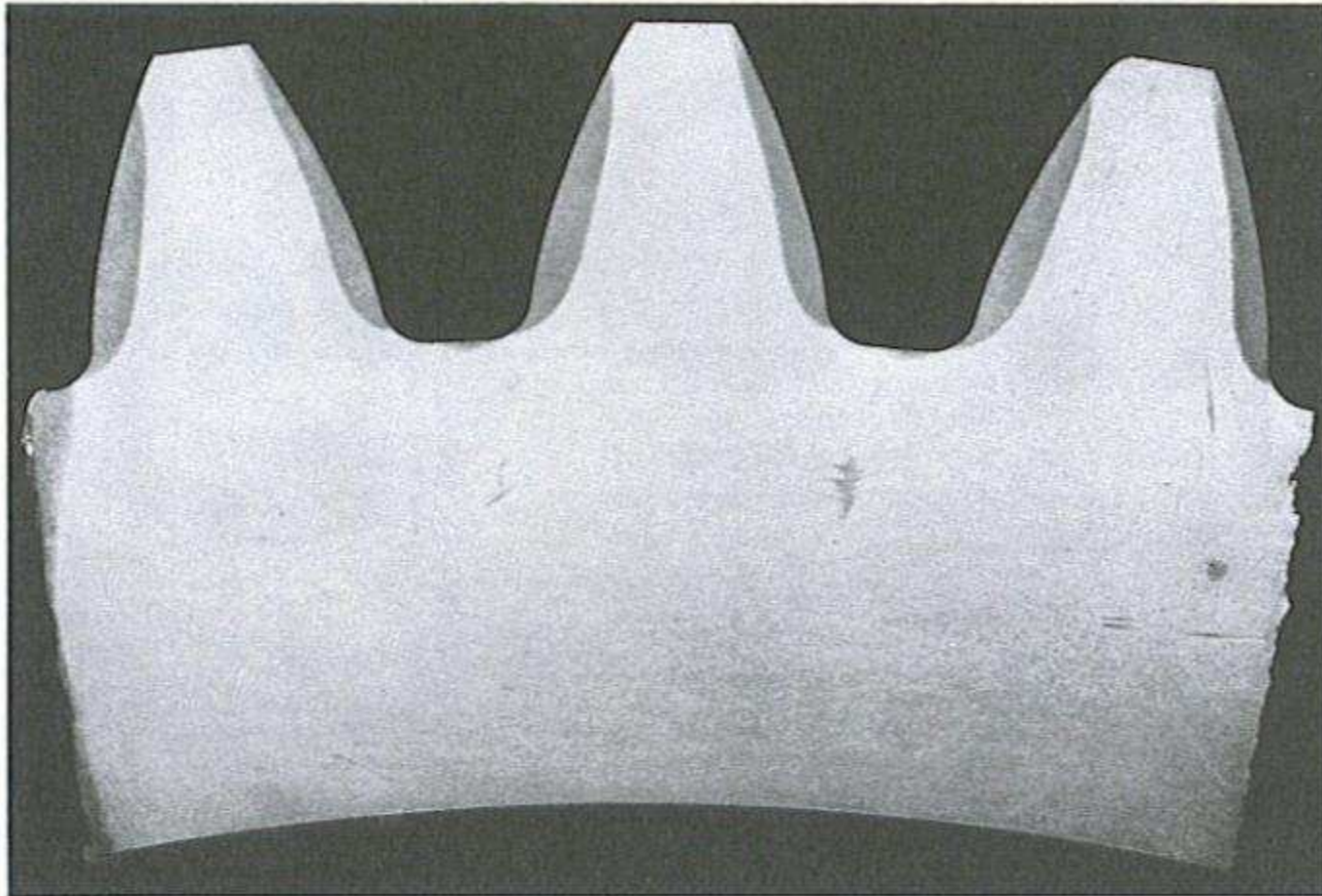


Figure 1-32 The depth and extent of hardening in these induction-hardened gear teeth made of AISI 1055 carbon steel was determined by macroetching with 10% aqueous HNO_3 . Surface hardness was 53 to 54 HRC (Rockwell hardness on the C scale), while the unhardened area was about 23 HRC.

Applications of Macro-etching

- ▶ Degree of graphitization



Figure 1-35 Fractograph of wedge test specimen of cast iron. The white areas indicate the presence of iron carbide, while the dark areas indicate that flake graphite is present.

Printing Method (Sulfur Printing)

- ▶ เพื่อตรวจสอบดูการแยกตัวและการกระจายตัวของซัลเฟอริในเหล็กกล้าที่ผ่านการหล่อ (distribution of sulfide globules in cast steel)
- ▶ โดยปกติในเหล็กกล้าทั่วไปจะมีซัลเฟอริต่ำกว่า 0.05% ซึ่งซัลเฟอริสามารถรวมตัวกับเหล็กและแมงกานีสให้สารประกอบในรูปของ Sulfides ดังนี้

⇒ Iron sulfide (FeS)

ทำให้เกิด low melting point eutectic alloy ซึ่งมีแนวโน้มที่จะไปรวมตัวอยู่บริเวณขอบเกรน เมื่อนำเหล็กกล้าไปทำการตีขึ้นรูปหรือรีดขึ้นรูปที่อุณหภูมิสูง จะเกิดปรากฏการณ์ที่เรียกว่า Hot-short คือเหล็กจะมีความเปราะเนื่องจากเกิดการหลอมของ iron sulfide eutectic บริเวณขอบเกรน ทำให้เกิดรอยแตกขึ้นในบริเวณดังกล่าว

⇒ Manganese sulfide (MnS)

ในการเติมธาตุผสม Mn ในเหล็กกล้าในขั้นตอนของการหลอมเพื่อต้องการกำจัด S และ O ในน้ำเหล็ก ให้อยู่ในรูปของ MnS (แทนที่จะเป็น FeS) และ MnO₂

Printing Method (Sulfur Printing)

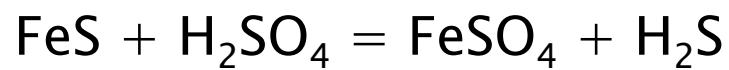
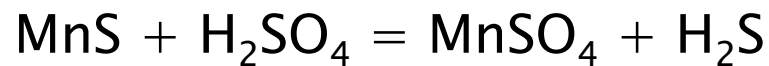
วิธีในการตรวจสอบโดยวิธี Sulfur Print

- ▶ ทำการขัดผิวชิ้นงานที่จะทำการตรวจสอบ
- ▶ นำกระดาษอัดรูปโบรไมด์ (Photographic bromide paper) ไปแช่ในสารละลายกรดซัลฟิวริก 3% เป็นเวลาประมาณ 3-5 นาที
- ▶ วางกระดาษด้านที่มีสารเคลือบกดลงบนผิวชิ้นงาน โดยระวังไม่ให้มีฟองอากาศเกิดขึ้นระหว่างผิวสัมผัส เป็นเวลาประมาณ 1-2 นาที
- ▶ นำกระดาษโบรไมด์ออก แล้วนำไปล้างด้วยน้ำสะอาด
- ▶ นำไปแช่ในน้ำยา Hypo (Aqueous solution of Sodium Triosulphate) 20% เป็นเวลา 10-20 นาที
- ▶ นำไปล้างในน้ำสะอาด แล้วทำให้แห้ง

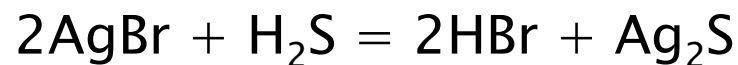
Printing Method (Sulfur Printing)

หลักการในการเกิดรอย Sulfur Print

- กรดซัลฟิวริกที่อยู่บนกระดาษโบรไมด์จะทำปฏิกิริยากับ **sulfides** ที่อยู่บนชิ้นงาน และทำให้เกิด **hydrogen sulfides (H₂S)**



ซึ่ง **hydrogen sulfides** จะทำปฏิกิริยากับ **silver bromide (AgBr)** ที่เคลือบอยู่บนกระดาษโบรไมด์ทำให้เกิดรอยที่มีลักษณะสีน้ำตาลดำของ **silver sulfides (Ag₂S)**



Printing Method (Sulfur Printing)

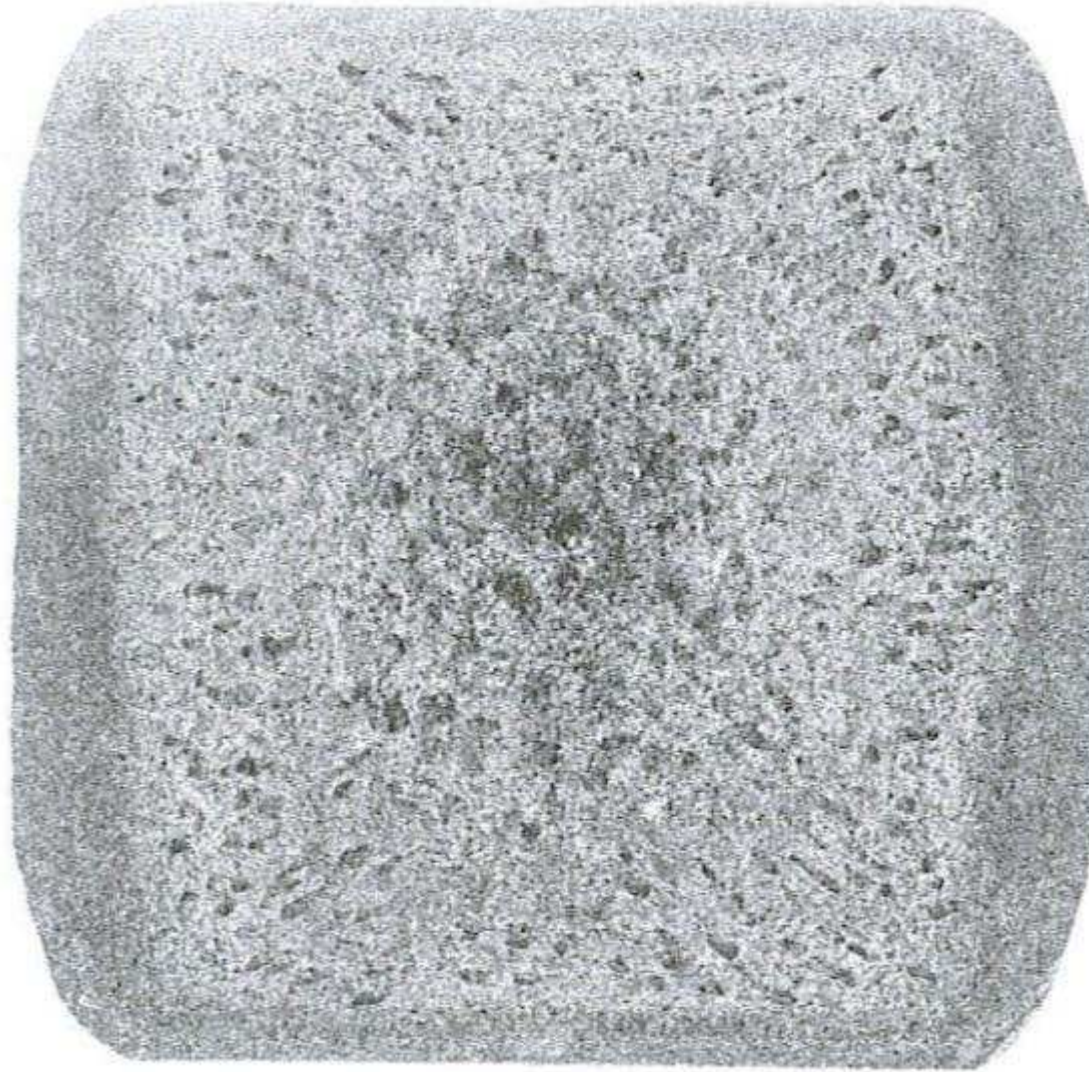


Figure 1-38 Mirror-image sulfur print of the macroetched disc shown in Fig. 1-6.

Printing Method (Sulfur Printing)

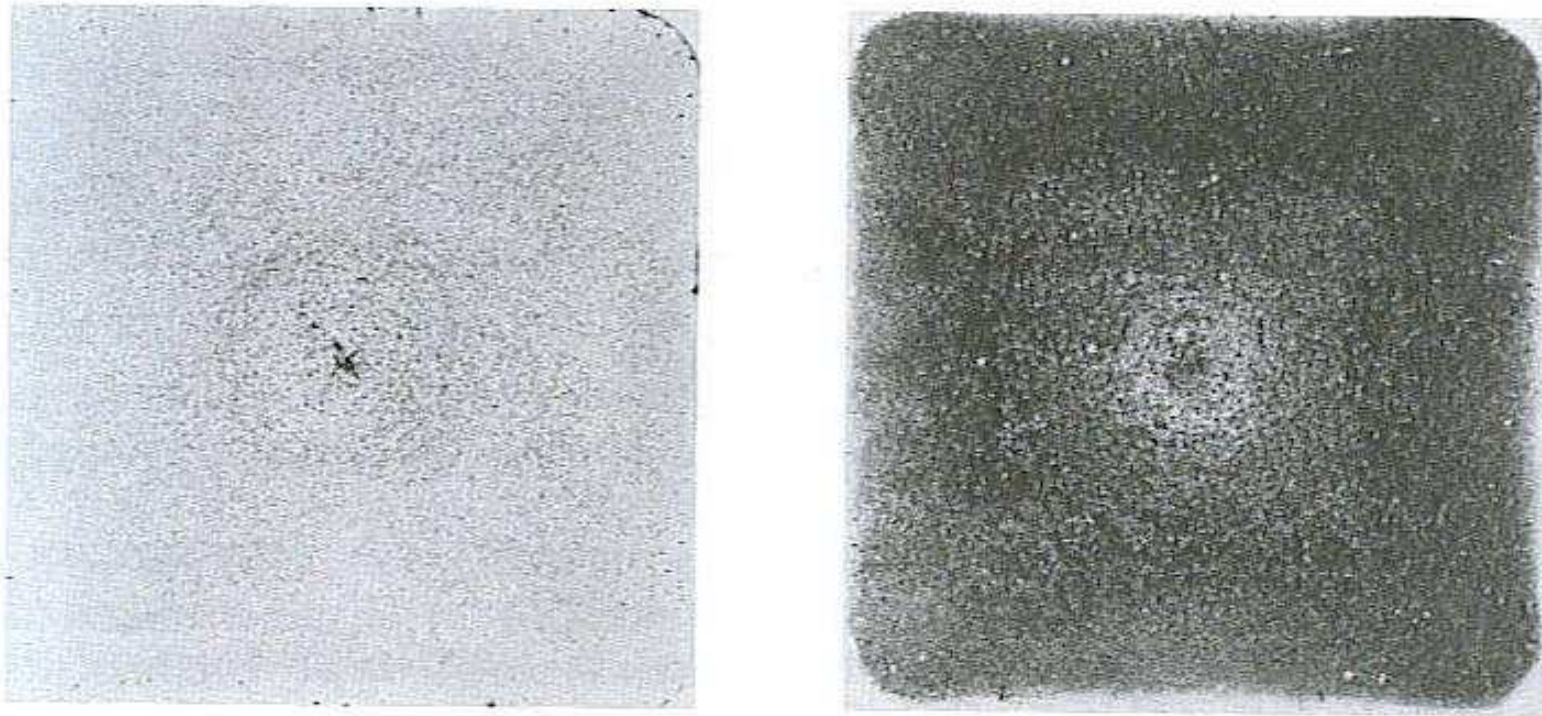


Figure 1-39 Sulfur print intensity is influenced by the composition of the sulfide inclusions. Both of the sulfur-printed discs shown contain 0.06% sulfur, but the print on the left is very light because most of the sulfides contain considerable chromium and are low in manganese content. The sulfides in the disc at the right contain very little chromium.

Printing Method (Sulfur Printing)

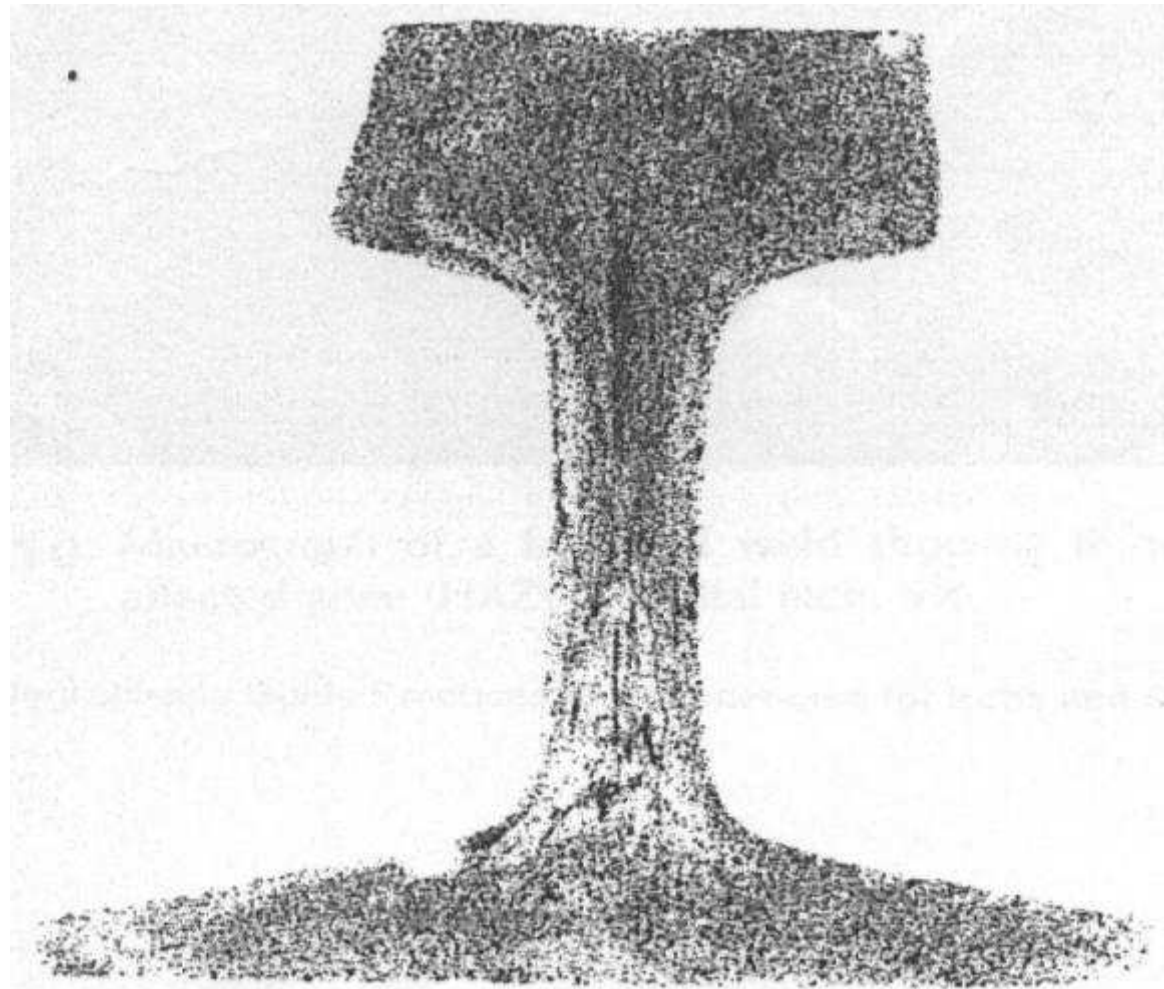


Fig. 4.16 Sulfur print of a steel rail showing regions of sulfur segregation. 1X

Microscopic Examination

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

Sample Selection and Sectioning

การเลือกและตัดชิ้นงานทดสอบ

- ▶ เลือกตัวอย่างบริเวณที่เป็นตัวแทนโครงสร้างที่ต้องการศึกษาหรือตรวจสอบ
- ▶ ชิ้นงานตัวอย่างมีขนาดที่พอเหมาะและสะดวกในการจับขณะทำการขัดผิว
- ▶ ทำการตัดชิ้นงานด้วยเลื่อยมือ หรือเลื่อยไฟฟ้า
- ▶ กรณีที่ชิ้นงานผ่านการชุบแข็งซึ่งจะมีความยากในการตัดให้ทำการตัดด้วย **abrasive cut-off wheel**
- ▶ ระวังและหลีกเลี่ยงการเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเนื่องจากความร้อนที่เกิดจากการตัด
- ▶ ต้องมีการหล่อเย็นขณะทำการตัด และพยายามใช้เวลาในการตัดให้สั้นที่สุด
- ▶ ตรวจสอบชิ้นงานว่ามีรอยไหม้หรือไม่ ถ้ามีให้ทำการขัดบริเวณดังกล่าวออกไป และทำการลบคมชิ้นงานที่ได้จากการตัด

Sample Selection and Sectioning

การเลือกและตัดชิ้นงานทดสอบ

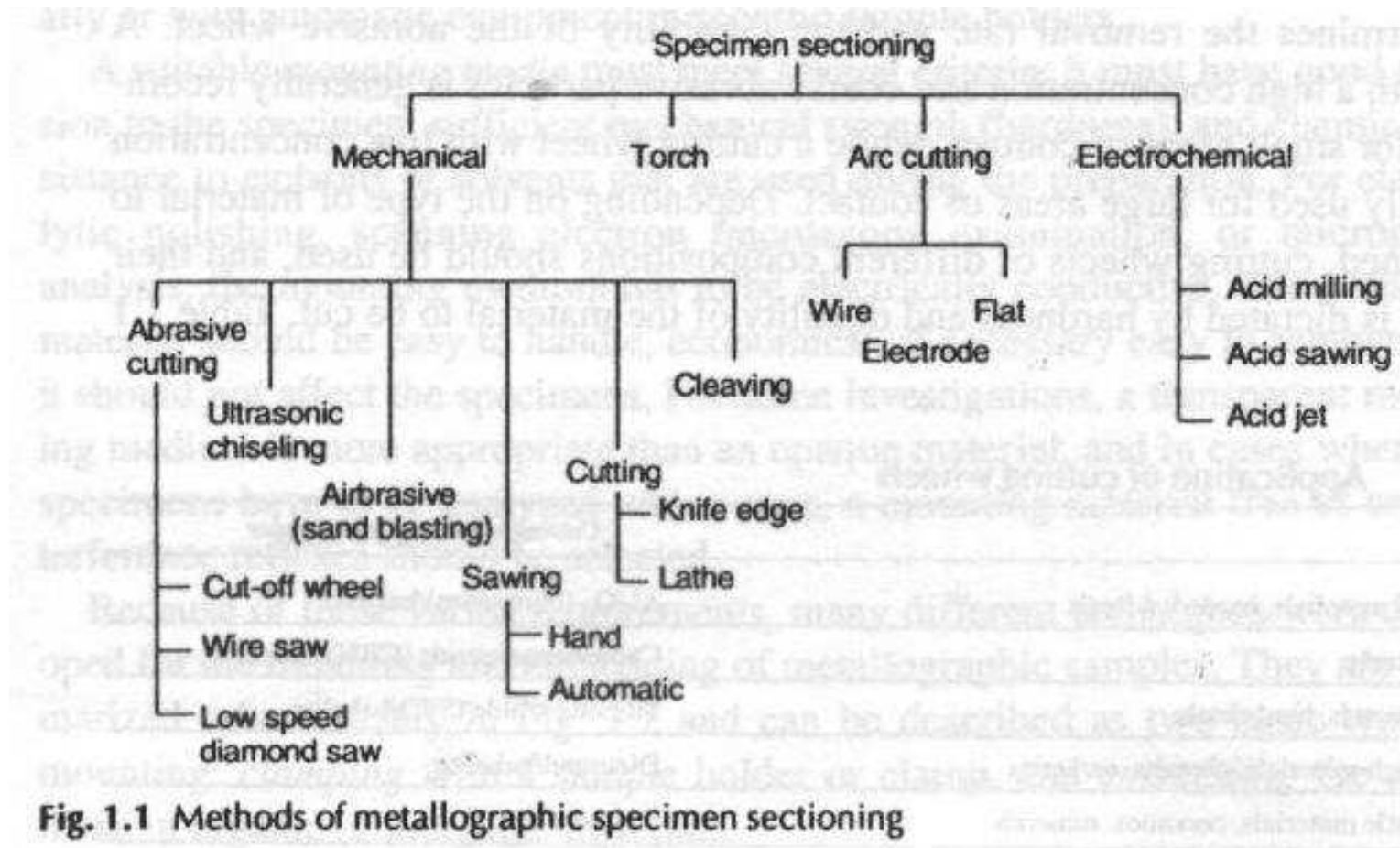


Fig. 1.1 Methods of metallographic specimen sectioning

Sample Selection and Sectioning

การเลือกและตัดชิ้นงานทดสอบ

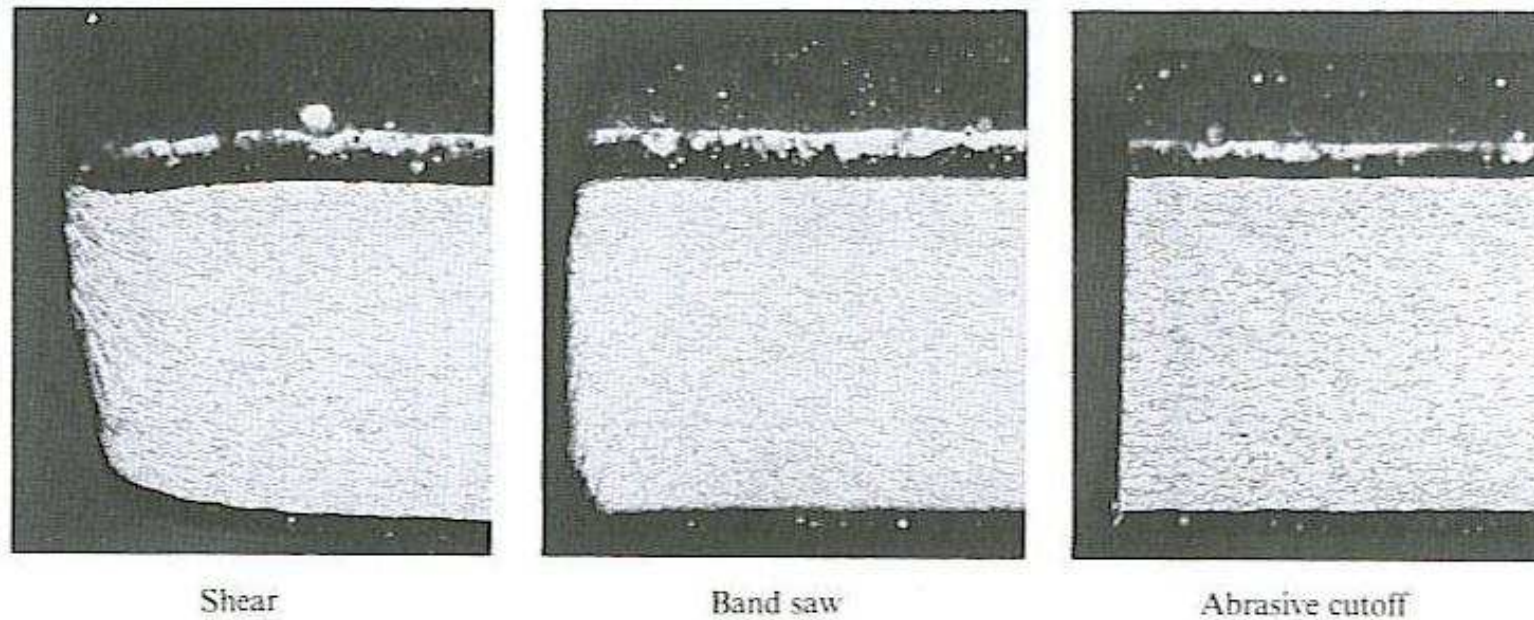


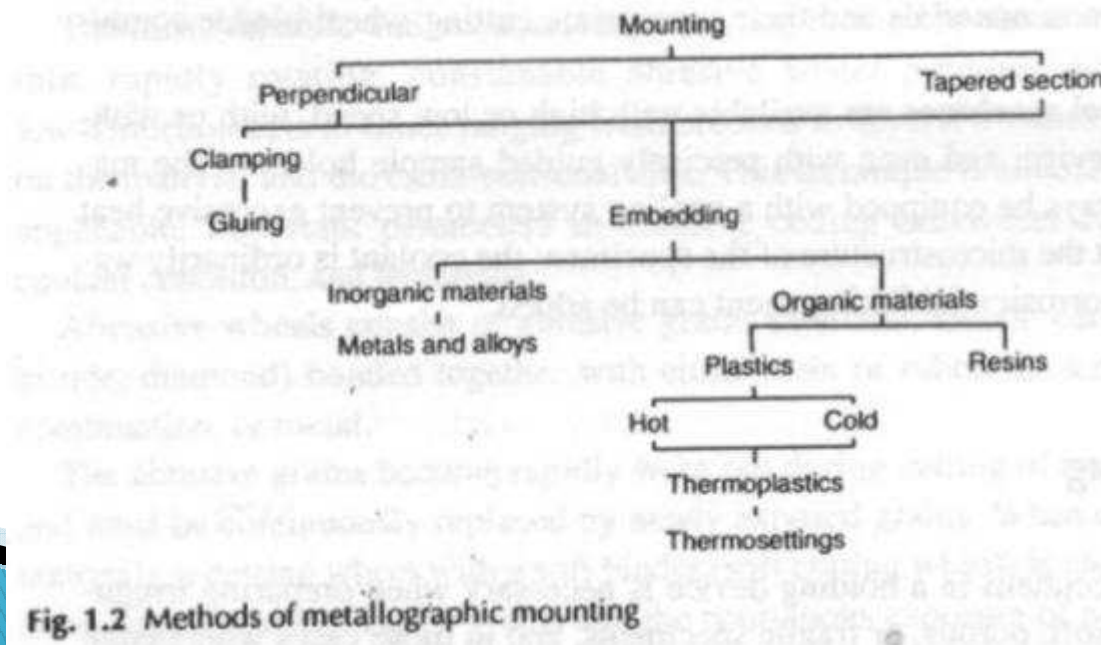
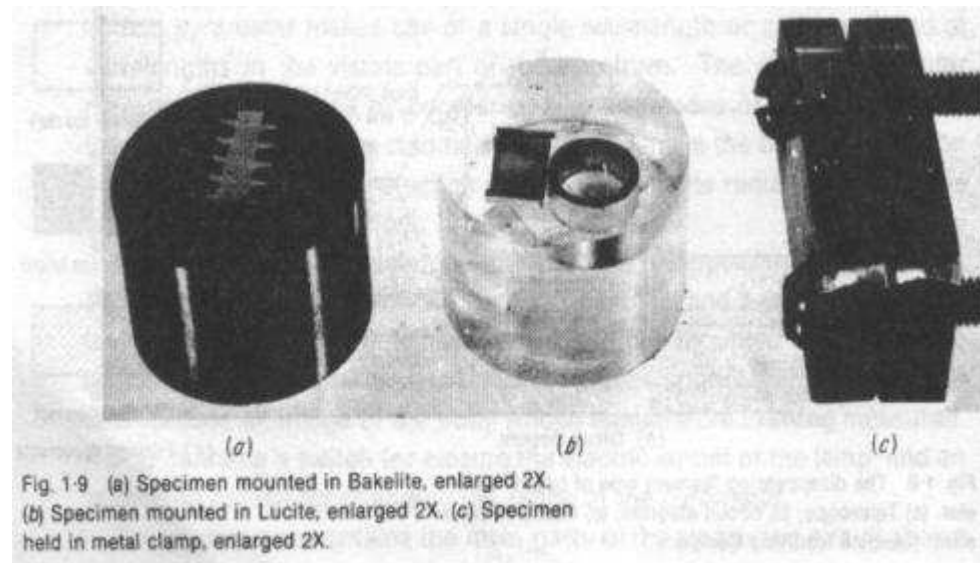
Figure 2-1 Influence of cutting procedure on deformation and damage to porcelain-enameled steel, 45 \times , 2% nital, polarized light. (Courtesy of A. O. Benschoter, Bethlehem Steel Corp.)

Mounting

การทำตัวเรือน

- ▶ เป็นการทำตัวเรือนให้กับชิ้นงานโลหะที่มีขนาดเล็ก หรือชิ้นงานที่มีรูปทรงที่ยากต่อการจับชิ้นงานในการขัดเพื่อเตรียมตัวอย่างสำหรับดูโครงสร้างจุลภาค
- ▶ ตัวเรือนจะช่วยห่อหุ้มและปกป้องชิ้นงาน
- ▶ สามารถดูโครงสร้างและถ่ายภาพโครงสร้างบริเวณรอยแตก และขอบของชิ้นงานได้
- ▶ ตัวเรือนจะต้องมีความทนทานต่อสารเคมีที่ใช้ในการกัดผิวชิ้นงาน

Mounting



Clamps

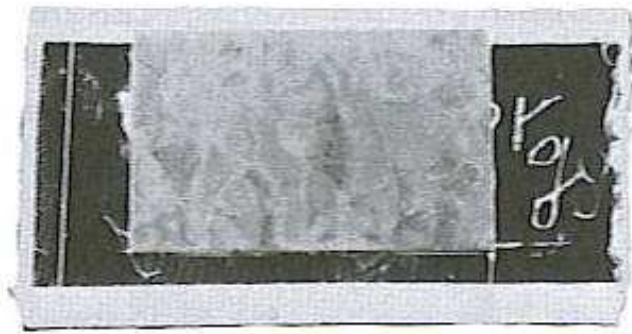
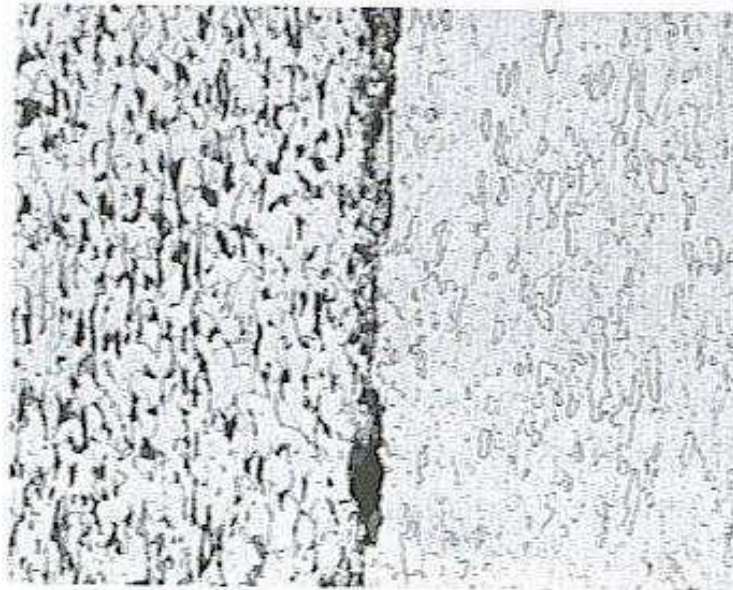


Figure 2-4 Examples of adhesive mounting (left) for planar surface examination and mechanical clamps (right). The clamp has plastic spacers between the specimens.

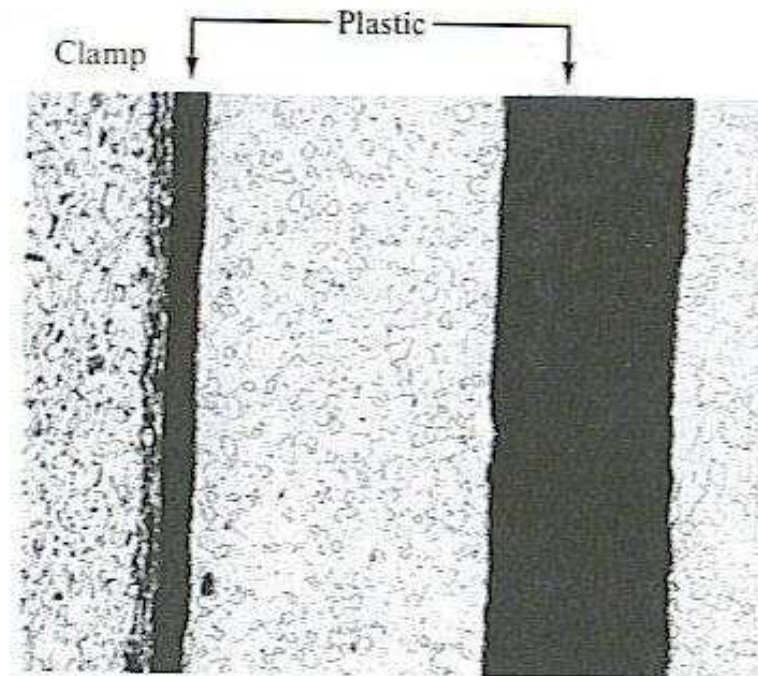
Clamps



60× Clamp

Sample

Figure 2-5a Example of excellent edge retention achievable with mechanical clamps. No spacers between sheet metal samples.



60×

Sample

Sample

Figure 2-5b Example of excellent edge retention achievable with mechanical clamps. Plastic spacers between sheet metal samples.

Hot and Cold Mounting Materials

Table 1.2 Comparison of hot and cold mounting materials

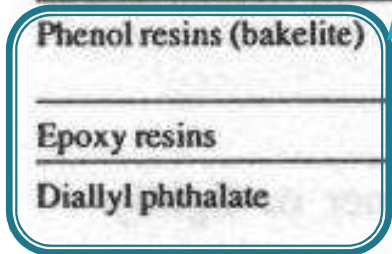
Hot compression mounting materials	Cold/room-temperature-curing mounting materials
Powder, granulates, or preforms are densified by pressure and heat in a mounting press.	Liquid and/or powder are mixed together with a hardener and cast into suitable mold.
Starting material has a durable shelf life.	Starting material should be stored cool and has a limited shelf life.
Time required per mount is ~15 min.	Curing time per sample ranges from 10 min to 12 h; many samples can be mounted simultaneously.
Thermosetting plastics	
Phenol resins (Bakelite) Epoxy resins Diallyl phthalate	Epoxy resins Polyester resins
Polymerization is irreversible; material cannot resoften. Heat to ~150 °C under pressure. Samples can be removed hot from the mounting press, but cooling under pressure is recommended.	Polymerization is irreversible; material will not resoften. Hardening reaction may increase the temperatures! This is directly related to the mixing ratio, the ambient temperatures, the volume of the mixed components, and the heat transfer by the molds.
Thermoplastics	
Acrylics Material can be resoftened with heat. Heat without pressure and cool under pressure.	Acrylics Material can be resoftened. Temperature may increase from 50–120 °C. Curing times are short.

Properties of Mounting Materials

Table 1.3 Properties of some important mounting materials

Material	Property
Hot mounting materials	
Phenol resins (bakelite)	Low hardness, poor adhesion (may be improved during cooling under pressure). Poor chemical resistance to aggressive chemicals and hot etchants. Easy to use, low cost
Epoxy resins	Only little shrinkage during curing, good edge retention. Resistant to etchants
Diallyl phthalate	Suitable for hard materials. No shrinkage during curing. Resistant to aggressive chemicals and hot etchants. Mounting conditions must be strictly followed.
Acrylics	Care must be taken during grinding; material may crack due to imposed stresses. Poor adhesion. Not resistant to aggressive chemicals. Transparent. Sample should be well cooled during curing. Suitable for pressure-sensitive specimens; pressure is only to be applied during the cooling cycle.
Cold mounting materials	
Epoxy resins	Good adhesion. High viscosity, fills cracks, gaps, and pores easily and is therefore well suited for infiltration. Resistant to etchants and solvents. Nearly transparent. Mold material should be made of silicon rubber, polyethylene, or Bakelite. Curing time at least 8 h. Work under a fumehood because poisonous fumes are being generated. Skin irritant
Polyester resins	Good abrasion resistance, therefore well suited for hard materials. Shrinkage. Chemical resistance varies with the product.
Acrylics	Shrinkage. Short curing times. Poor resistance to alcohol and chlorohydrocarbon

Thermosetting resin



Thermoplastic resin



Hot Mounting

วิธีนี้จะเป็นการทำตัวเรือนโดยใช้แรงอัดร่วมกับความร้อนเพื่อให้วัสดุพอลิเมอร์ไปหล่อหุ้มชิ้นงานตัวอย่างด้วยเครื่องอัดขนาดเล็ก

โดยจะวางผิวหน้าชิ้นงานคว่ำลง และทำการเทผงเรซินลงในแม่พิมพ์รอบๆ ชิ้นงานตัวอย่าง จากนั้นจะให้ความร้อนและแรงอัดไปพร้อมๆ กันโดยใช้แรงดันและระยะเวลาที่เหมาะสม

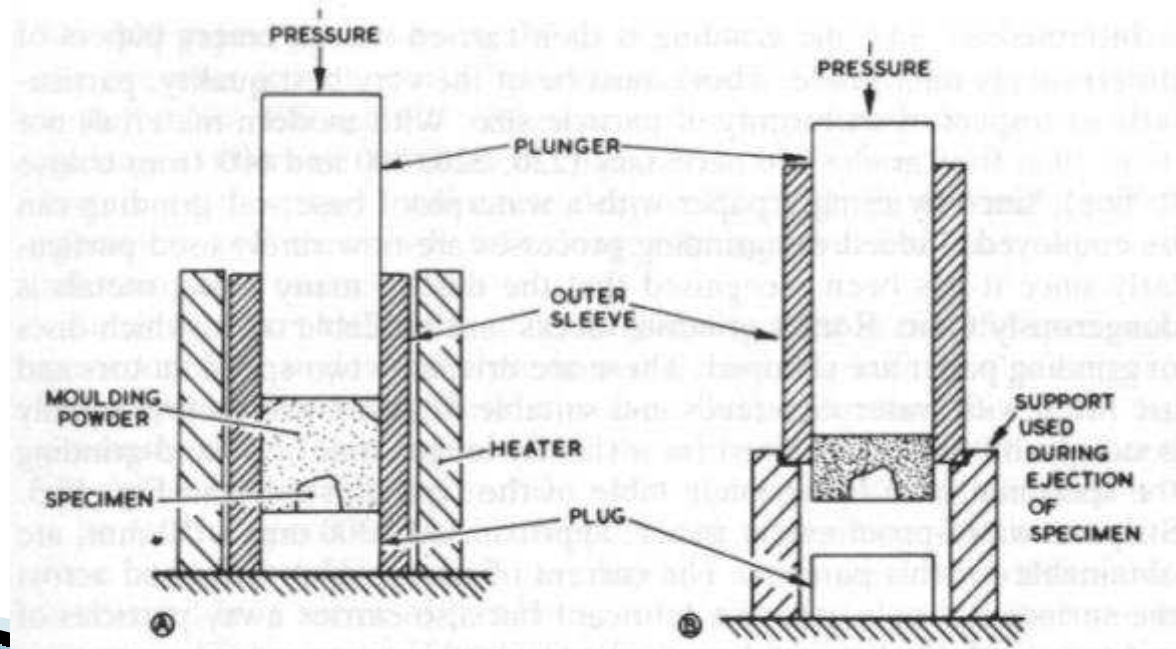


Fig. 10.2 Mould for mounting specimens in plastic materials when pressure is necessary. (A) Moulding the mount; (B) ejecting the finished mount.

Hot Mounting

▶ Thermosetting resins

Table 2-2 Typical properties of thermosetting molding resins†

Resin	Molding conditions			Heat distortion temp., °C‡	Coeff. of thermal expansion, in/(in·°C)	Abrasion rate, μm/min§	Polishing rate, μm/min¶	Transparency	Chemical resistance
	Temp., °C	Pressure, lb/in ²	Time, min						
Bakelite (wood-filled)	135–170	2500–4200	5–12	140	$3.0\text{--}4.5 \times 10^{-5}$	100	2.9	Opaque	Attacked by strong acids and alkalis
Diallyl phthalate (asbestos-filled)	140–160	2500–3000	6–12	150	$3\text{--}5 \times 10^{-5}$	190	0.8	Opaque	Attacked by strong acids and alkalis

†Data compiled from the literature, see Ref. 10.

‡Determined by method ASTM D648-56.

§Specimen 1-cm² area abraded on slightly worn 600-grit SiC under load of 100 g at rubbing speed of 10⁴ cm/min.

¶1-in diameter mount on a wheel rotating at 250 r/min covered with synthetic suede cloth and charged with 4–8-μm diamond.

Source: From Miley and Calabra, Ref. 10.

Hot Mounting

► Thermoplastic resins

Table 2-3 Typical properties of thermoplastic molding resins†

Resin	Molding conditions						Heat distortion temp., °C‡	Coeff. of thermal expansion, in/(in·°C)	Abrasion rate, μm/min§	Polishing rate, μm/min¶	Transparency	Chemical resistance
	Heating			Cooling								
	Temp., °C	Pressure, lb/in ²	Time, min	Temp., °C	Pressure, lb/in ²	Time, min						
Methyl methacrylate	140–165	2500–4200	6	75–85	Max.	6–7	65	$5-9 \times 10^{-5}$		7.5	Water white to clear	Not resistant to strong acids and some solvents
Polystyrene	140–165	2500	5	85–100	Max.	6	65					
Polyvinyl formal	220	4000	—				75	$6-8 \times 10^{-5}$	20	1.1	Light brown, clear	Not resistant to strong acids
Polyvinyl chloride	120–160	100	Nil	60	4000		60	$5-18 \times 10^{-5}$	45	1.3	Opaque	Resistant to most acids and alkalies

†Data compiled from the literature, see Ref. 10.

‡Determined by method ASTM D648-56.

§Specimen 1-cm² area abraded on slightly worn 600-grit SiC under load of 100 g at rubbing speed of 10⁴ cm/min.

¶1-in diameter mount on a wheel rotating at 250 r/min covered with synthetic suede cloth and charged with 4–8-μm diamond.

Source: From Miley and Calabria, Ref. 10.

Cold Mounting

วิธีนี้จะใช้ทำตัวเรือนในกรณีที่ความร้อนหรือแรงดันจะทำความเสียหายต่อชิ้นงานตัวอย่าง หรือทำให้โครงสร้างเปลี่ยนแปลง โดยจะอาศัยปฏิกิริยา **polymerization** ที่อุณหภูมิห้องโดยไม่ต้องใช้ความร้อนและแรงดัน

โดยจะทำการผสมเรซินกับ **catalyst** หรือ **hardener** ให้เข้ากันแล้วเทลงในแม่พิมพ์ที่มีชิ้นงานวางคว่ำอยู่

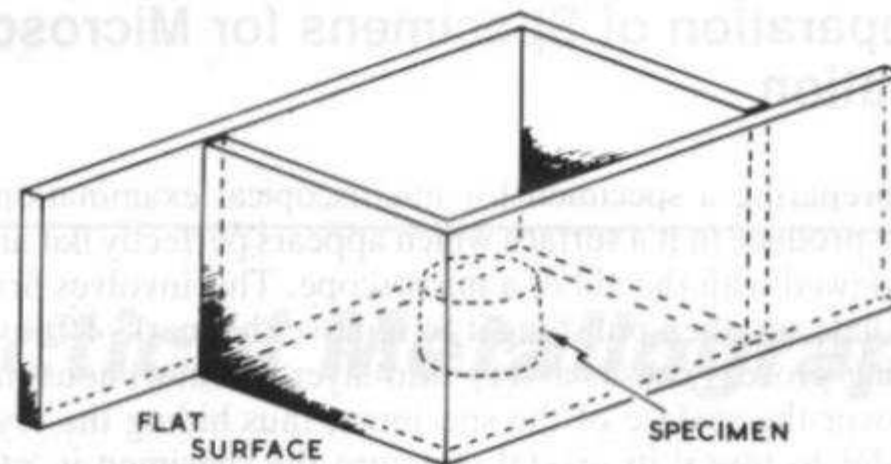


Fig. 10.1 Method of mounting specimen in plastic material where no pressure is required.

Grinding

- ▶ ชิ้นงานตัวอย่างที่ได้จากการตัดและขัดเพื่อปรับความเรียบผิวในเบื้องต้น ชิ้นผิวจะเกิด **plastic deformation** ซึ่งเป็นสาเหตุทำให้โครงผลึกเกิดการบิดเบี้ยว และจุลโครงสร้างเปลี่ยนแปลงไป
- ▶ การขัดผิวชิ้นงานในขั้นตอนนี้จะเป็นการลดความหนาของชั้นดังกล่าว และส่งผลให้บริเวณที่เกิดการบิดเบี้ยวของโครงผลึกลดน้อยลงไปในช่วงผิวใหม่ที่ผ่านการขัด
- ▶ ความลึกของบริเวณที่บิดเบี้ยวจะลดลงเรื่อยๆ เมื่อทำการขัดด้วยกระดาษทรายที่มีความละเอียดของอนุภาคมีความละเอียดขึ้น ตามเบอร์ของกระดาษทรายที่เพิ่มขึ้น คือ เบอร์ 240, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200 ตามลำดับ
- ▶ ในขณะที่ทำการขัดจะมีการหล่อเย็นด้วยน้ำอยู่ตลอดเวลา เพื่อล้างผงขัดที่หลุดจากกระดาษทราย และผงที่เกิดจากผิวโลหะที่ถูกขัดออกไป เพื่อป้องกันรอยขีดข่วนที่อาจเกิดขึ้นที่ผิวชิ้นงานที่ทำการขัด

Grinding

- ▶ การขัดในกระดาศทรายแต่ละเบอร์ จะทำการวางชิ้นงานมีทิศทางตั้งฉากกับแนวเดิมที่เกิดจากการขัดของกระดาศทรายเบอร์ก่อนหน้านี้
- ▶ การขัดจะทำการกดชิ้นงานให้แนบและได้ระนาบ โดยใช้แรงในการกดเบาพอประมาณ เพื่อให้ได้ผิวหน้าที่เรียบและไม่เกิดการ **deform** ของชั้นผิวชั้นอื่นอีก ทั้งยังป้องกันการเกิดรอยขีดข่วนที่มีความลึกจากการขัดที่อาจเกิดขึ้น

Grinding

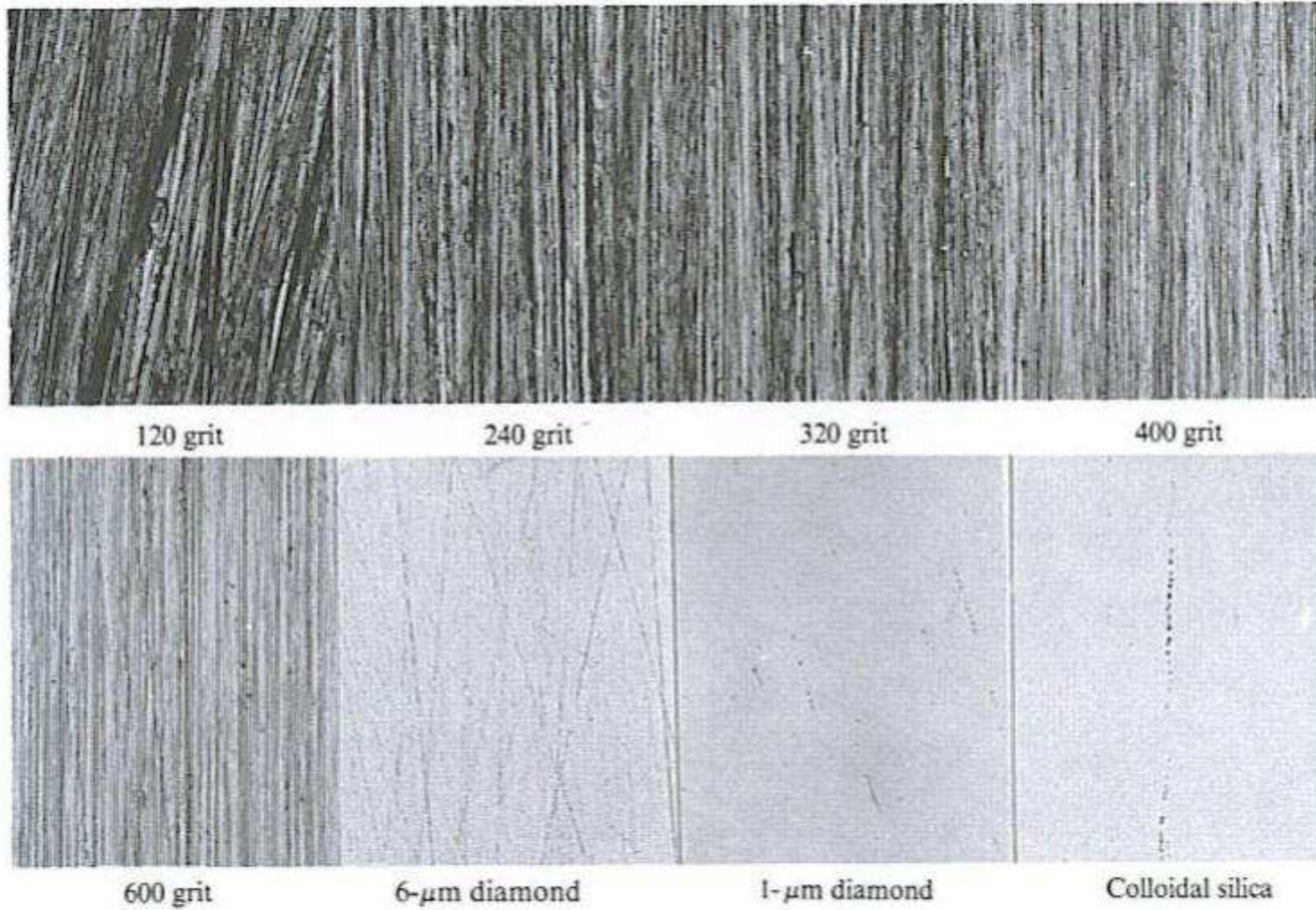


Figure 2-15 Appearance of the surface of austenitic stainless steel at each step of the sample preparation sequence, 90 \times .

Grinding

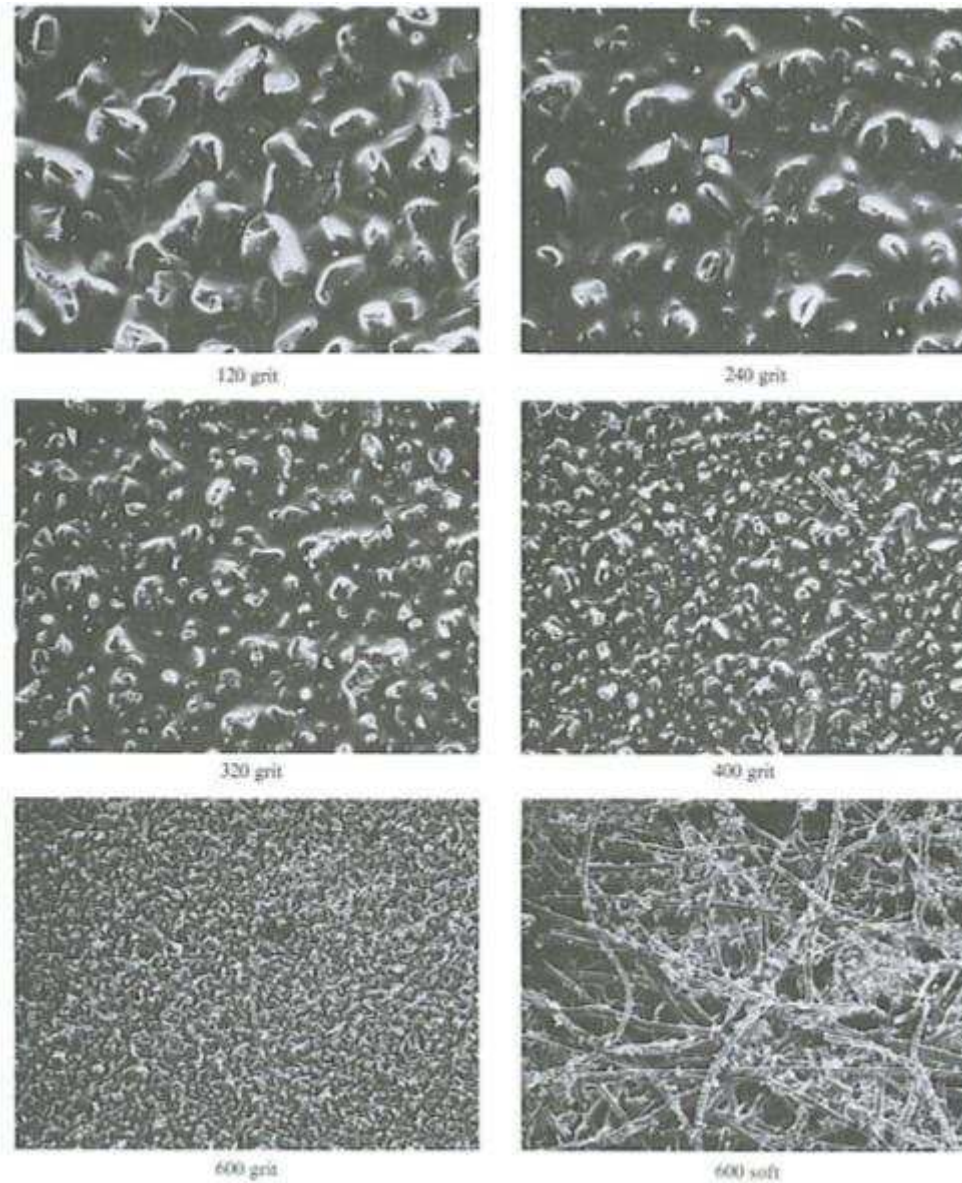


Figure 2-16a Appearance of the surface of silicon carbide grinding paper (Buehler Carbimet), 60 \times .

Polishing

การขัดมันผิว

- ▶ ขั้นตอนนี้จะทำการกำจัดรอยขีดข่วนที่มีขนาดละเอียดที่ผ่านการขัดมาก่อนหน้านี้
- ▶ ผิวขัดที่ได้ในขั้นตอนนี้ต้องมีความมันวาวคล้ายกระจกเงา (**mirror-like surface**)
- ▶ เป็นขั้นตอนที่มีความสำคัญและต้องกระทำอย่างระมัดระวัง
- ▶ จะทำการขัดด้วยผ้าสักหลาดหรือกำมะหยี่ ที่มีการขัดผิวด้วยผงอะลูมินา (**gamma form of aluminum oxide**) ซึ่งอยู่ในลักษณะแขวนลอยอยู่ในน้ำ ผงอะลูมินามีขนาดตั้งแต่ 15, 6 จนถึง 1 ไมครอน บางครั้งในขั้นตอนนี้อาจจะใช้ผงเพชรในการขัด

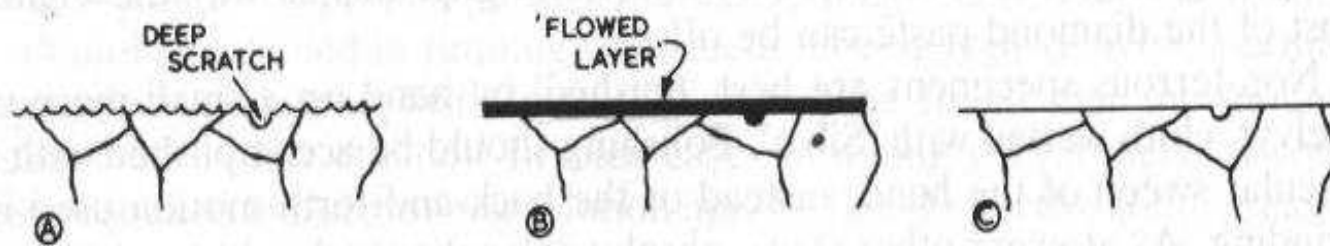


Fig. 10.4 (A) Grooves produced in the metal surface by the final grinding operation. A deep scratch produced by a particle of coarse grit is shown. (B) Final polishing has produced a 'flowed layer'. This may cover the deep scratch as shown, rendering it invisible. (C) Etching has removed the flowed layer thus revealing the crystal structure beneath. Unfortunately the deep scratch is also visible again.

Etching

การกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยสารเคมี

- ▶ โดยหลักการ สารเคมีที่ใช้ในการกัดผิวหน้าชิ้นงาน (**etching reagent or etchant**) จะทำปฏิกิริยากับบริเวณที่มีองค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกันด้วยอัตราการละลายที่ต่างกัน เช่น
 - โลหะผสมที่มีหลายเฟส (**phase**)
 - บริเวณเกรน และขอบเกรนการละลายในอัตราที่แตกต่างกันจะทำให้จุลโครงสร้างเกิด **contrast** ขึ้น และสามารถทำการตรวจสอบได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์
- อัตราการละลายในโลหะบริสุทธิ์จะต่ำกว่าโลหะผสมที่มีหลายเฟส ซึ่งอาจจะต้องใช้สารกัดผิวที่มีความเข้มข้นสูงกว่า และใช้เวลาในการกัดที่นานกว่า

Etching

การกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยสารเคมี

- ▶ การกัดผิวชิ้นงานต้องทำการเลือกใช้ **etching reagent** ที่เหมาะสมและเวลาในการกัดที่เหมาะสม จึงจะสามารถเห็นจุลโครงสร้างได้อย่างชัดเจน
- ▶ ถ้าทำการ **etch** นานเกินไป (**over etch**) จะได้จุลโครงสร้างที่ไม่ชัดเจนและมีลักษณะค่อนข้างดำมืด
- ▶ ถ้าทำการ **etch** ใช้น้ำน้อยเกินไป (**under etch**) จะไม่ปรากฏจุลโครงสร้างหรือจุลโครงสร้างมีความเลือนลาง เมื่อดูด้วยกล้องจุลทรรศน์

ตัวอย่าง Etching Reagent สำหรับโลหะเหล็ก

Table 10.1 Etching Reagents for Iron, Steels and Cast Irons

Type of etchant	Composition	Characteristics and uses
Nital	2 cm ³ nitric acid; 98 cm ³ ethanol (industrial methylated spirit)	The best general etching reagent for irons and steels. Etches pearlite, martensite, tempered martensite and bainite, and attacks the grain boundaries of ferrite. For pure iron and wrought iron, the concentration of nitric acid may be raised to 5 cm ³ . To resolve pearlite, etching must be very light. Also suitable for ferritic grey cast irons and blackheart malleable irons.
Picral	4 g picric acid; 96 cm ³ ethanol	Very good for etching pearlite and spheroidised structures, but does not attack the ferrite grain boundaries. It is the most suitable reagent for all cast irons, with the exception of alloy and completely ferritic cast irons.
Alkaline sodium picrate	2 g picric acid; 25 g sodium hydroxide; 100 cm ³ water	The sodium hydroxide is dissolved in the water and the picric acid then added. The whole is heated on a boiling water-bath for 30 minutes and the clear liquid poured off. The specimen is etched for 5–15 minutes in the boiling solution. Its main use is to distinguish between ferrite and cementite. The latter is stained black, but ferrite is not attacked.
Mixed acids and glycerol	10 cm ³ nitric acid; 20 cm ³ hydrochloric acid; 20 cm ³ glycerol; 10 cm ³ hydrogen peroxide	Suitable for nickel–chromium alloys and iron–chromium–base austenitic steels. Also for other austenitic steels, high chromium–carbon steels and high-speed steel. Warm the specimen in boiling water before immersion
Acid ammonium peroxydisulphate	10 cm ³ hydrochloric acid; 10 g ammonium peroxydisulphate; 80 cm ³ water	Particularly suitable for stainless steels. Must be freshly prepared for use.

ตัวอย่าง Etching Reagent สำหรับโลหะทองแดง

Table 10.2 Etching Reagents for Copper and its Alloys

Type of etchant	Composition	Characteristics and uses
Ammonical ammonium peroxydisulphate	20 cm ³ ammonium hydroxide (0.880); 10 g ammonium peroxydisulphate; 80 cm ³ water	A good etchant to reveal the grain boundaries of pure copper, brasses and bronzes. Should be freshly made to give the best results.
Ammonia-hydrogen peroxide	50 cm ³ ammonium hydroxide (0.880); 20–50 cm ³ hydrogen peroxide (3% solution); 50 cm ³ water	The best general etchant for copper, brasses and bronzes. Etches grain boundaries and gives moderate contrast. The hydrogen peroxide content can be varied to suit a particular alloy. Used for swabbing or immersion, and should be freshly made as the hydrogen peroxide deteriorates.
Acid iron(III) chloride	10 g iron(III) chloride; 30 cm ³ hydrochloric acid; 120 cm ³ water	Produces a very contrasty etch on brasses and bronzes. Darkens the β in brasses. Can be used following a grain-boundary etch with the ammonium peroxydisulphate etchant. Use at full strength for nickel-rich copper alloys. Dilute 1 part with 2 parts of water for copper-rich solid solutions in brass, bronze and aluminium bronzes.
Acid dichromate solution	2 g potassium dichromate; 8 cm ³ sulphuric acid; 4 cm ³ saturated sodium chloride solution; 100 cm ³ water	Useful for aluminium bronze and complex brasses and bronzes. Also for copper alloys of beryllium, manganese and silicon, and for nickel silvers.

ตัวอย่าง Etching Reagent สำหรับโลหะอะลูมิเนียม

Table 10.3 Etching Reagents for Aluminium and Alloys

Type of etchant	Composition	Characteristics and uses
Dilute hydrofluoric acid	0.5 cm ³ hydrofluoric acid; 99.5 cm ³ water	The specimen is best swabbed with cotton wool soaked in the etchant. A good general etchant.
Caustic soda solution	1 g sodium hydroxide; 99 cm ³ water	A good general etchant for swabbing.
Keller's reagent	1 cm ³ hydrofluoric acid; 1.5 cm ³ hydrochloric acid; 2.5 cm ³ nitric acid; 95 cm ³ water	Particularly useful for duralumintype alloys. Etch by immersion for 10–20 seconds.

NB On no account should hydrofluoric acid or its fumes be allowed to come into contact with the skin or eyes. Care must be exercised with all strong acids.

Etching

การกัดผิวหน้าชิ้นงานด้วยสารเคมี

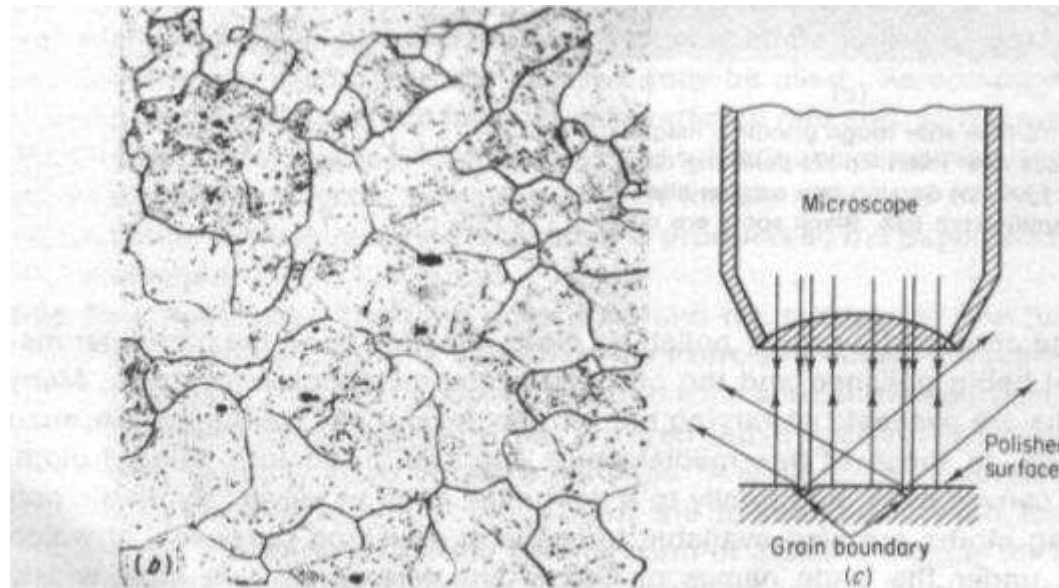


Fig. 1-11 (a) Photomicrograph of a mixture revealed by etching. (b) Photomicrograph of pure iron. (The International Nickel Company.) (c) Schematic illustration of the microscopic appearance of grain boundaries as dark lines.

Optical Microscope

- ▶ กล้องจุลทรรศน์เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของโลหะและโลหะผสม
- ▶ ความแตกต่างจากกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้ในงานทางชีววิทยา (**biological type**) คือ ต้องใช้แสงส่องสว่าง (**illuminated**) ให้กับชิ้นงานที่จะทำการตรวจสอบโครงสร้าง เนื่องจากชิ้นงานโลหะจะทึบแสงและไม่ยอมให้แสงผ่าน
- ▶ กล้องจุลทรรศน์มีหลักการทำงาน คือ ลำแสงในแนวราบที่ถูกส่งออกมาจากแหล่งกำเนิดแสง (**illuminator**) จะถูกสะท้อนด้วยกระจกที่มีลักษณะแบนราบให้เกิดการเบี่ยงเบนลงข้างล่างแล้วตกกระทบลงบนผิวชิ้นงานตัวอย่างโลหะ โดยแสงบางส่วนที่สะท้อนจากผิวชิ้นงานจะผ่านเลนส์วัตถุ (**objective lens**) ที่อยู่ด้านล่างเพื่อก่อตัวเป็นภาพ (**primary image**) และจะถูกขยายโดย **eyepiece lens** ที่อยู่ด้านบน ซึ่งทำให้สามารถมองเห็นภาพโครงสร้างชิ้นงานโลหะได้

Optical Microscope

- ▶ กำลังขยายสูงสุดของกล้อง **optical microscope** โดยทั่วไปจะอยู่ที่ประมาณ 2,000 เท่า (2,000X)
- ▶ โดยหลักแล้วกำลังขยายของกล้อง **optical microscope** จะถูกจำกัดโดยความยาวคลื่นของคลื่นแสงที่เกิดจากต้นกำเนิดแสง (**wavelength of visible light from illuminator**)
- ▶ ความยาวคลื่นจะเป็นตัวแปรที่จำกัดความสามารถในการแยกแยะ (**resolution**) รายละเอียดในจุลโครงสร้างของชิ้นงานทดสอบ
- ▶ สำหรับกล้องจุลทรรศน์ที่มีกำลังขยายสูงๆ และมีความสามารถในการแยกแยะรายละเอียดมากๆ เช่น **Scanning Electron Microscope (SEM)** จะใช้ **electron beam** แทนการส่องสว่างด้วยแสง (**visible light**) โดยจะมีความยาวคลื่นสั้นกว่าถึงประมาณ 100,000 เท่า ทำให้สามารถเพิ่มกำลังขยายได้สูงถึงประมาณ 100,000 เท่า

Optical Microscope

Table 4-1 Spectral ranges in microscopy

Radiation	Wavelength, nm
Electrons (electron microscopy)	0.005†
X-rays	0.01–15
Ultraviolet	15–400
Visible spectrum (blue to green to yellow to red)	400–700
Infrared	700–860

† Approximate, varies with accelerating potential.

Source: From Phillips, Ref. 1.

Optical Microscope

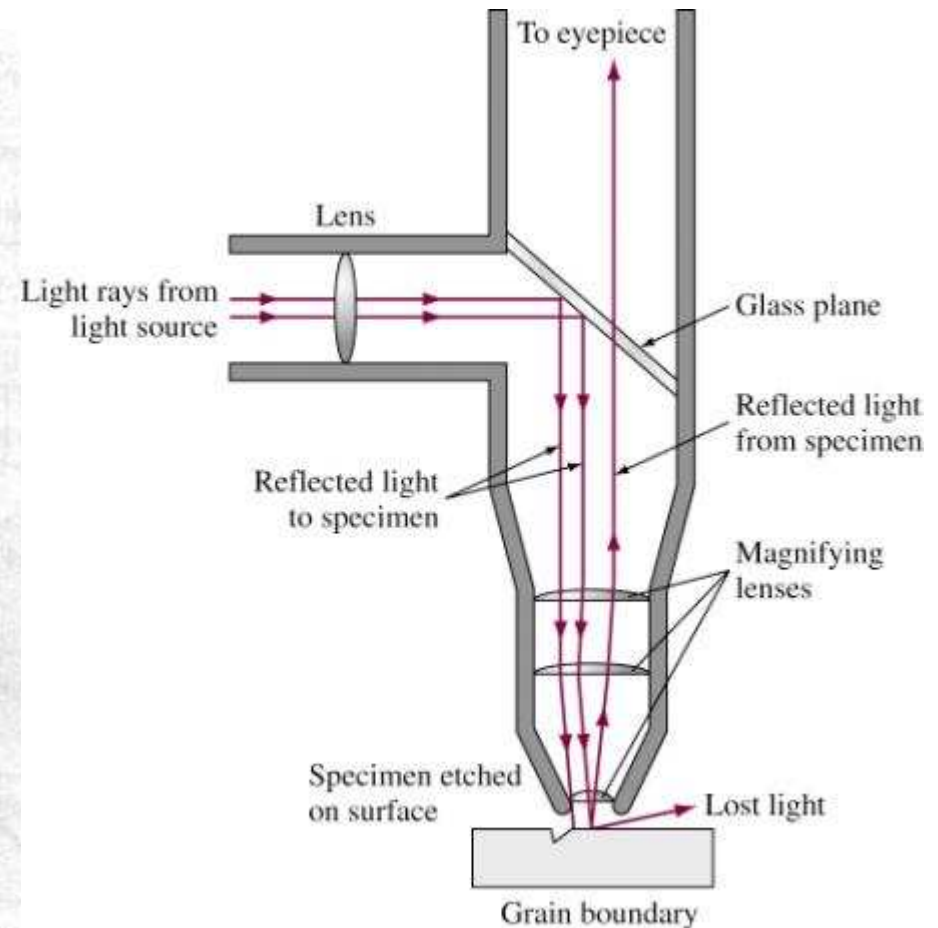
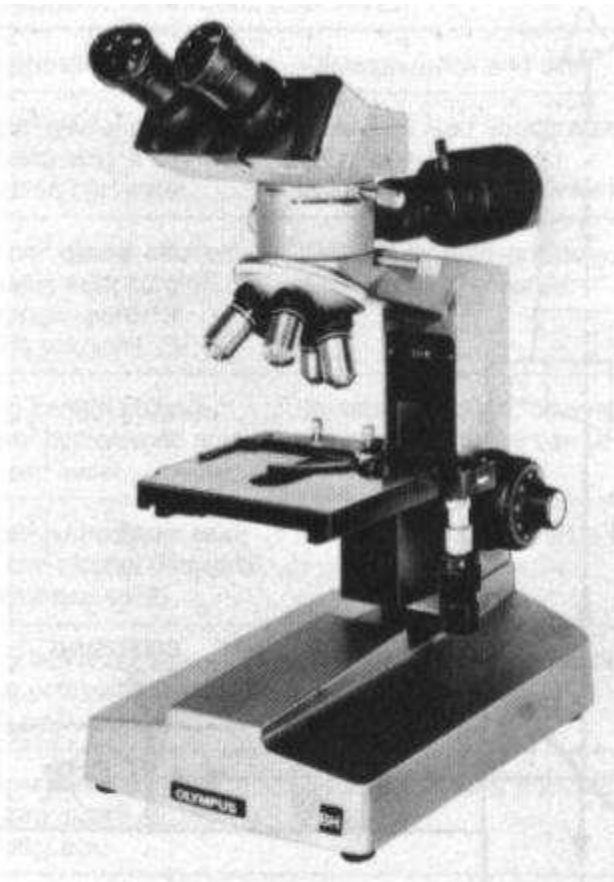


Plate 10.2 An 'Olympus' metallurgical microscope equipped for binocular vision. Four objectives of different focal lengths are carried on a rotatable turret. Illumination is by either tungsten or quartz halogen light source. (Courtesy of Metallurgical Services Laboratories Ltd, Betchworth, Surrey).

ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคที่แสดงให้เห็นจากการตรวจสอบ

- ▶ ความชัดเจนของโครงสร้าง pearlite ในเหล็กกล้า ที่ใช้ etchant ต่างชนิดกัน

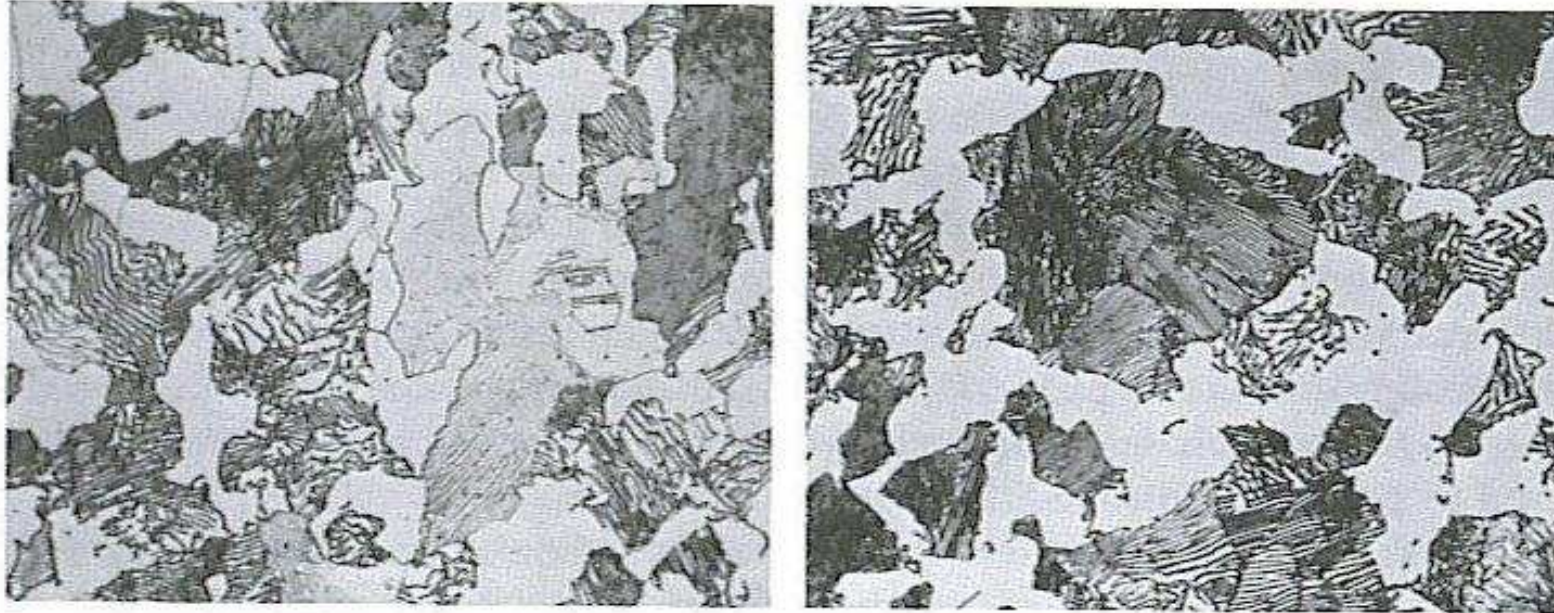


Figure 3-1 Pearlite in steel (AISI 1060) is revealed completely by 4% picral (right) but not by 2% nital (left) because of the sensitivity of nital to orientation (600 \times).

ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคที่แสดงให้เห็นจากการตรวจสอบ

- ▶ โครงสร้างที่เปลี่ยนแปลงไปใน **dual phase steel** ที่เป็นผลมาจากการตัดชิ้นงาน ตัวอย่างด้วยเครื่องมือที่แตกต่างกัน (ทำให้ชั้นผิวที่เกิดการ **deform** มีลักษณะโครงสร้างที่แตกต่างกัน)

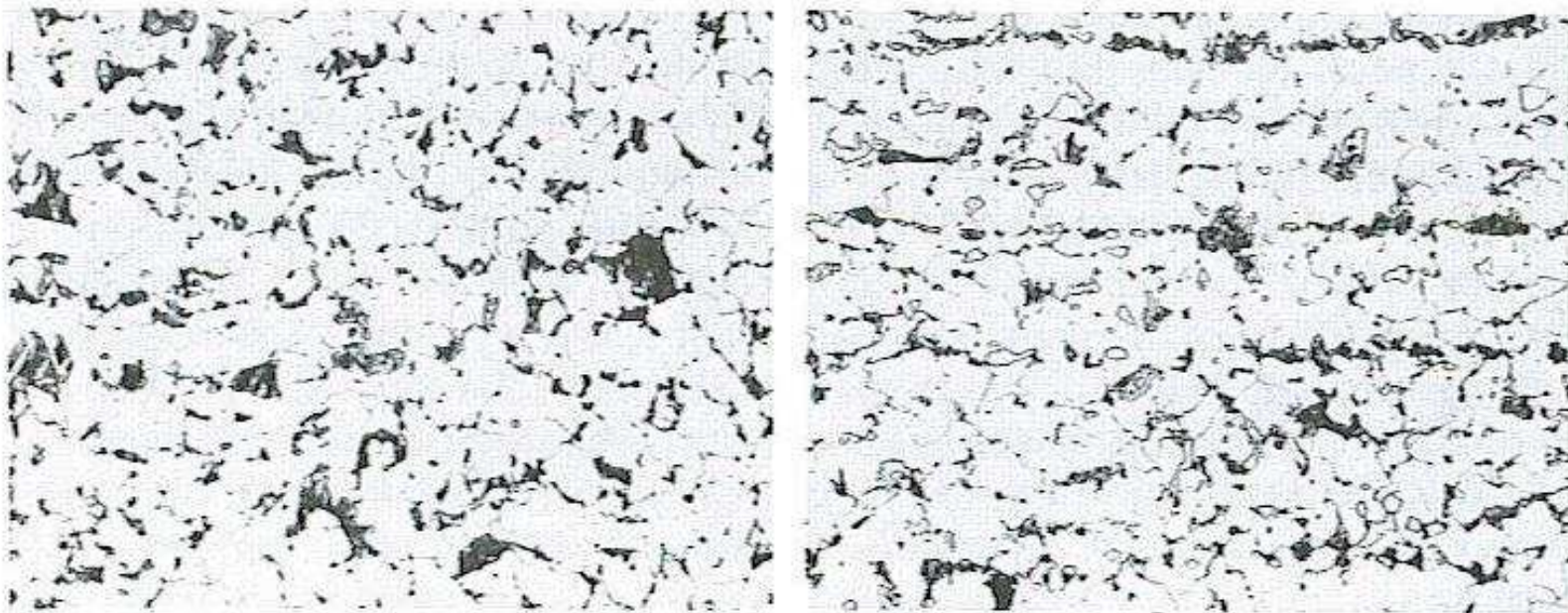


Figure 3-2 Sample preparation can alter the microstructure, as demonstrated by these two micrographs of dual-phase sheet steel. Shearing (left) transformed the retained austenite to martensite, while abrasive cutting (right) did not (retained austenite are small, outlined white particles). Etchant was 20% sodium metabisulfite, 600 \times . (Courtesy of A. O. Benscoter, Bethlehem Steel Corp.)

ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคที่แสดงให้เห็นจากการตรวจสอบ

- ▶ แสดงโครงสร้างที่แตกต่างกันของโลหะผสมอะลูมิเนียมที่ผ่านการขึ้นรูปจะมีเกรนที่เล็กละเอียด (รูปบน) กับโครงสร้างที่ได้จากการหล่อ (รูปล่าง) ซึ่งปรากฏโครงสร้างที่เป็น **dendrite** ที่มีขนาดใหญ่อย่างชัดเจน

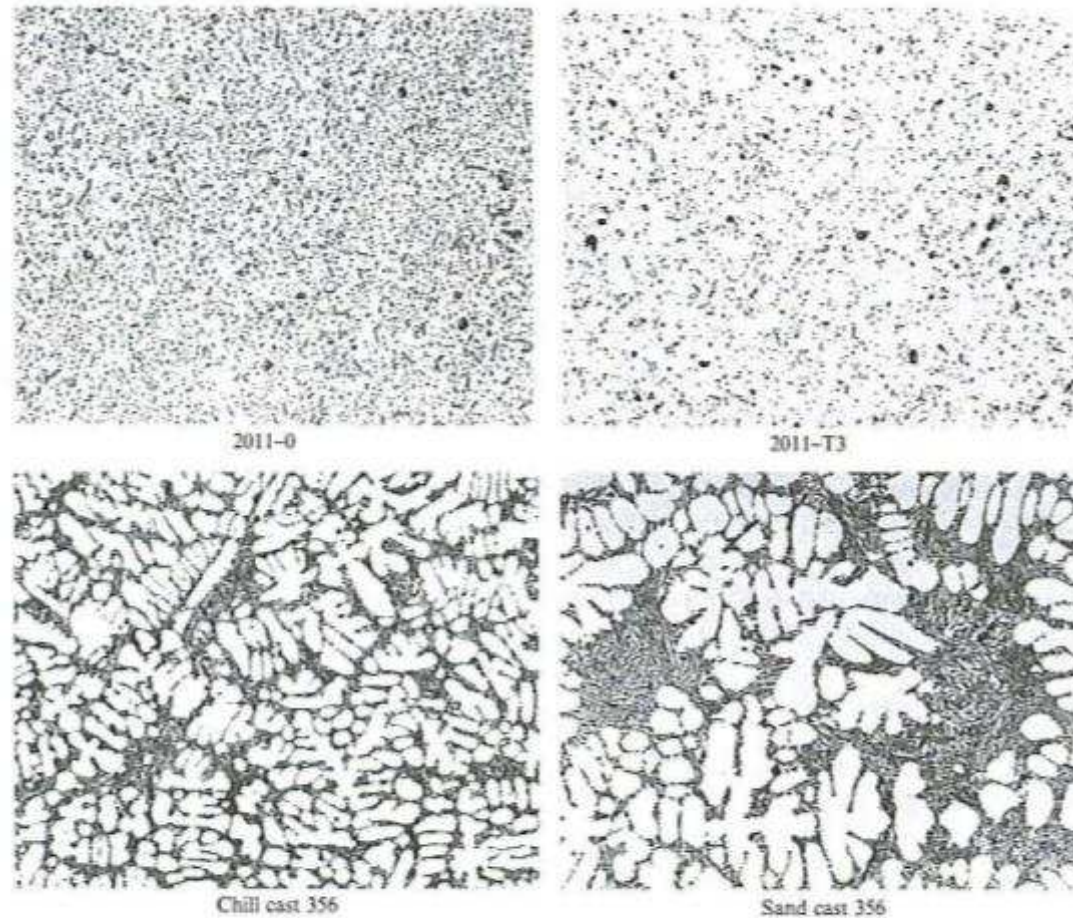


Figure 3-15 Wrought (top, 300 \times) and cast (bottom, 60 \times) aluminum alloys etched with 0.5% aqueous HF. (Bottom photos are courtesy of R. D. Buchheit, Battelle Memorial Institute.)

ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคที่แสดงให้เห็นจากการตรวจสอบ

- ▶ ตัวอย่างโครงสร้าง Brass (Cu-Zn alloy) ที่มี Zn 40%

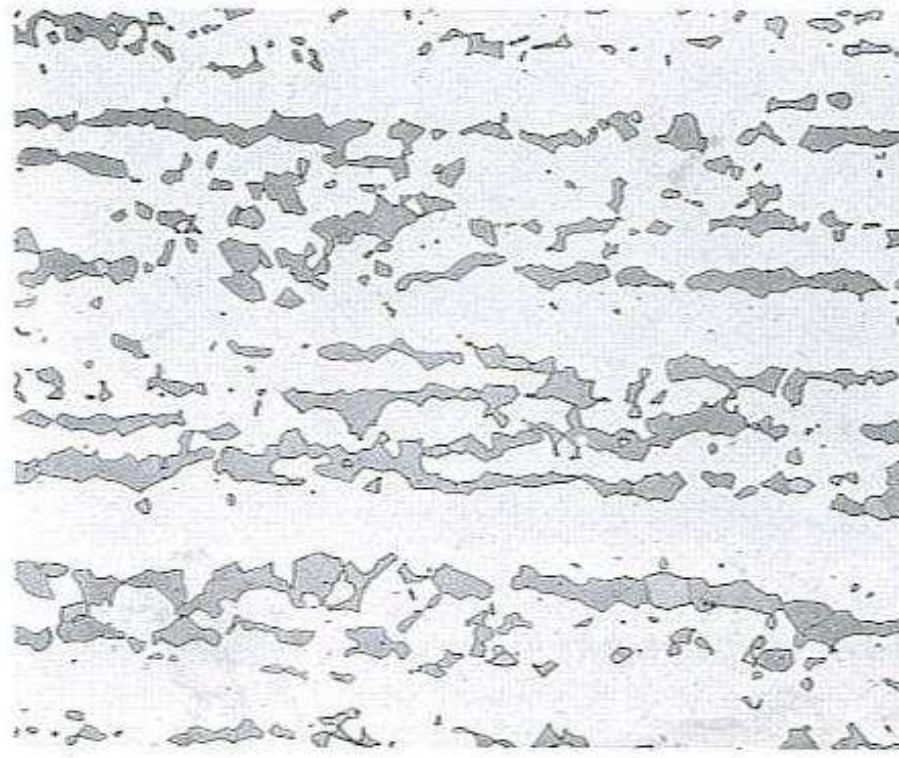
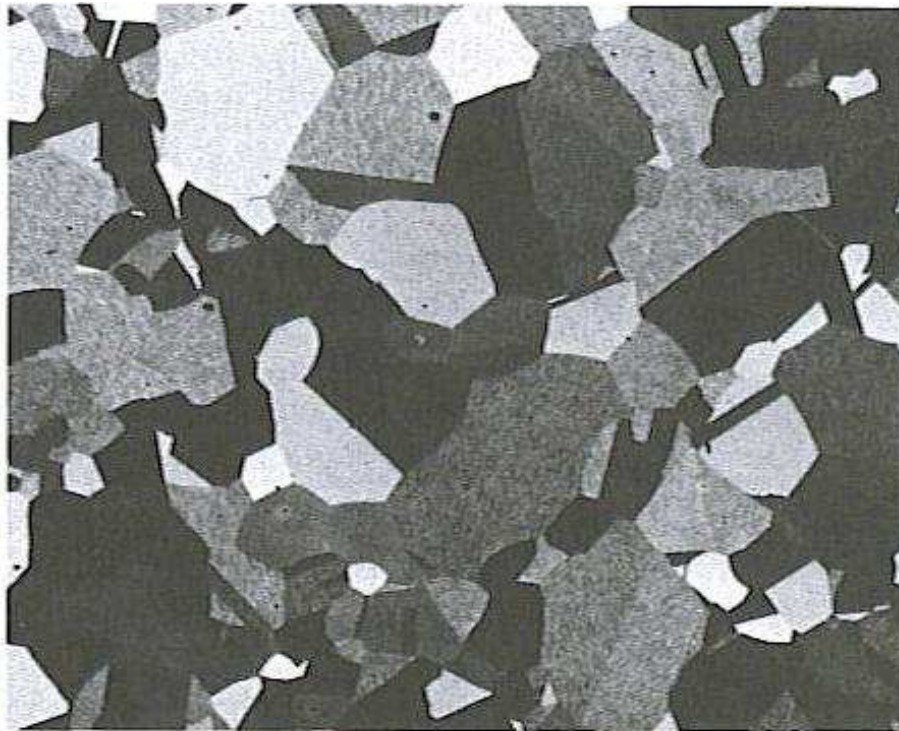


Figure 3-32 Microstructure of alpha-beta brass (alloy of Cu and 40% Zn) tint-etched with Klemm's I reagent (beta phase colored), 150 \times .

ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคที่แสดงให้เห็นจากการตรวจสอบ

- ▶ ตัวอย่างโครงสร้างที่เป็น austenite phase ของ High-manganese steel (Hadfield steel)



2% Nital / 20% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ (75X)

Figure 3-40 Microstructure of solution-annealed Hadfield Mn austenitic steel.

ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคที่แสดงให้เห็นจากการตรวจสอบ

- ▶ โครงสร้างของ **high-Mn steel** ที่มีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างที่ผิวจาก **austenite** ไปเป็น **martensite** เนื่องจากได้รับแรงกระทำโดยการอัดกระแทก



Figure 3-41 Microstructure of explosively hardened Hadfield Mn steel (sheet martensite) revealed using 2% nital followed by 20% aqueous sodium metabisulfite, 375 \times .

ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคที่แสดงให้เห็นจากการตรวจสอบ

- ▶ โครงสร้างของ dual phase steel ที่มีปริมาณ martensite ที่แตกต่างกัน

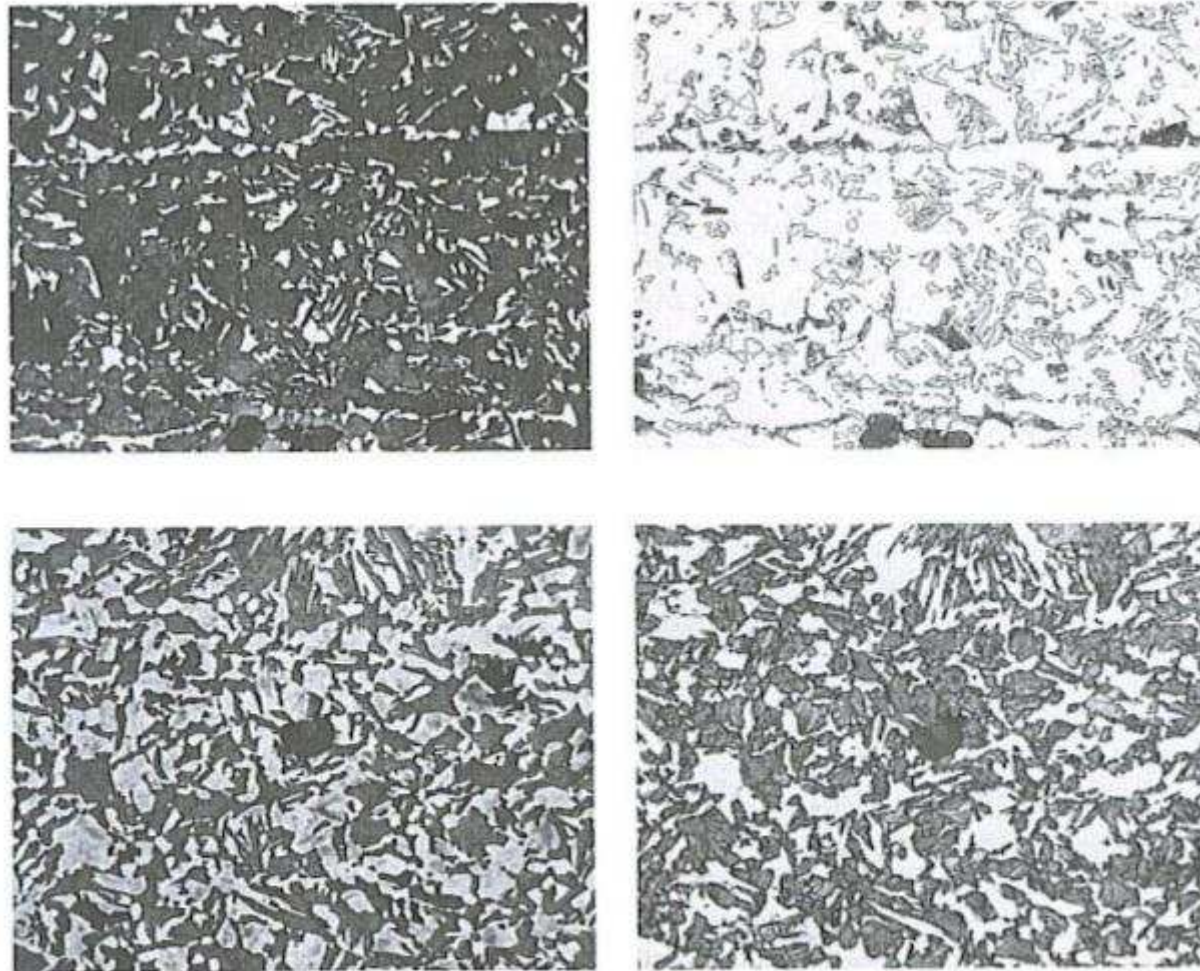


Figure 3-42 Microstructure of dual-phase low-carbon sheet steel with low (top) and high (bottom) martensite contents etched with Le Pera's reagent (left) and 20% Na₂S₂O₅ (right), 500 \times . (From Marder and Benscoter, Ref. 93, courtesy of Elsevier Science Publishing Co., Inc.)