

A. Alatrash*, S. Mitsche, A. Eckert, D. Steinmüller-Nethl, W. Grogger

Microstructural alterations in WC-Co work tools by metallurgical preparation methods

Durch metallurgische Präparationsverfahren hervorgerufene Gefügeveränderungen in WC-Co-Zerspanungswerkzeugen

Received: 10.07.2024

Accepted: 13.09.2025

Eingegangen: 10.07.2024

Angenommen: 13.09.2025

Übersetzung: E. Engert

Abstract

Hard metals are in great demand in areas that require high hardness and wear resistance. Tungsten carbide excels in this area, especially with cobalt as a binder phase [1, 2]. For microstructural characterization, choosing an applicable preparation method is the most essential step. Publications concerning WC-Co materials were published by the National Physical Laboratory in Teddington, England, notably by Prof. B. Roebuck, though the influence of preparation methods was not entirely explored. Electron backscatter diffraction (EBSD) is one of the most common

Kurzfassung

Hartmetalle sind in Bereichen, in denen hohe Härte und Verschleißfestigkeit gefordert werden, sehr gefragt. In diesen Bereichen überzeugt Wolframcarbid, insbesondere mit Kobalt als Bindephase [1, 2]. Der wichtigste Schritt zur Gefügecharakterisierung ist die Auswahl eines geeigneten Präparationsverfahrens. Das National Physical Laboratory in Teddington, England, und hier vor allem Prof. B. Roebuck, veröffentlichte Publikationen zu WC-Co-Werkstoffen. Dabei wurde allerdings nicht umfassend auf den Einfluss der Präparationsverfahren eingegangen. Die Elektronen-

Authors:

***Corresponding author: Anas Alatrash** Institute of Electron Microscopy and Nanoanalysis, Graz University of Technology and Center for Electron Microscopy, Steyrergasse 17, 8010 Graz, Austria; E-Mail: anas.alatrash@felmi-zfe.at

further authors: Stefan Mitsche, Werner Grogger Institute of Electron Microscopy and Nanoanalysis, Graz University of Technology and Center for Electron Microscopy, Steyrergasse 17, 8010 Graz, Austria

Arnim Eckert G-ELIT Präzisionswerkzeug GmbH, Lengeder Straße 29 – 35, D – 13407 Berlin

Detlef Steinmüller-Nethl CarbonCompetence GmbH, Weisstraße 9, 6112 Wattens, Austria

characterization techniques for metallurgical investigations. We use common preparation techniques and a few others we developed to analyze and compare the resulting surface quality and their applicability for EBSD [3–6]. In addition to EBSD, the sample should be compatible with X-ray diffraction (XRD) and/or transmission electron microscopy (TEM) characterization. Our criteria consider EBSD grain indexing in orientation imaging microscopy analysis (OIM) software, changes in microstructure, cobalt leaching/cobalt losses, the size of the characterization area and ease of preparation procedure. We target the distribution of cobalt phases, hexagonal close packing (HCP) and face-centered cubic (FCC) with respect to their magnetic saturation. HCP is stable at room temperature, while FCC forms at temperatures higher than 417 °C [7].

Keywords: *Tungsten carbide, magnetic saturation, electron backscatter diffraction, mechanical preparation, ion polishing, crystal structure, elemental distribution*

1 Materials and method

Commercially available rods are provided by G-ELIT Präzisionswerkzeug GmbH (Berlin). These rods are type DK120, consisting of 94 % WC (including > 1 % vanadium) and 6 % Co. The diameter of these rods is measured to be 60 mm. Average WC grain size is 1.2 µm with a hardness of 1620 kg/mm² HV30.

Moreover, the samples are divided into two categories: high magnetic saturated (HMS) and low magnetic saturated samples (LMS). HMS samples have a value of more than 11 µT/m³/kg with an average value of

rückstreubeugung (EBSD) ist bei metallurgischen Untersuchungen eines der gängigsten Charakterisierungsverfahren. Für eine Analyse und einen Vergleich der hervorgebrachten Oberflächenqualität und Eignung für EBSD greifen wir auf gängige und einige weitere von uns entwickelte Präparationsverfahren zurück [3–6]. Zusätzlich zur EBSD sollte sich die Probe auch für eine Charakterisierung mittels Röntgenbeugung (XRD) und/oder Transmissions-elektronenmikroskopie (TEM) eignen. Unsere Kriterien sind die EBSD-Kornindizierung in mit orientierungsabbildender Mikroskopie-Analysesoftware (Orientation Imaging Microscopy (OIM)), Änderungen im Gefüge, Cobalt-Leaching (Auslösen von Cobalt) bzw. Cobaltverluste, die Größe des charakterisierten Bereichs und die Einfachheit des Präparationsverfahrens. Wir betrachten die Verteilung der Cobaltphasen und die Gitterstrukturen hexagonal dichte Packung (HCP) und kubisch-flächenzentriert (FCC) in Bezug auf ihre magnetische Sättigung. HCP ist bei Raumtemperatur stabil, während sich FCC bei Temperaturen über 417 °C bildet [7].

Schlagwörter: *Wolframcarbid, magnetische Sättigung, Elektronenrückstreubeugung, mechanische Präparation, Ionenpolieren, Kristallstruktur, Elementverteilung*

1 Werkstoffe und Verfahren

Handelsübliche Stäbe stammen von der G-ELIT Präzisionswerkzeug GmbH (Berlin). Es handelt sich dabei um Stäbe der Sorte DK120 mit einer Zusammensetzung aus 94 % WC (einschließlich < 1 % Vanadium) und 6 % Co und einem Durchmesser von 60 mm. Die durchschnittliche WC-Korngröße beträgt 1,2 µm, die Härte 1.620 kg/mm² HV30.

Die Proben sind darüber hinaus in zwei Kategorien unterteilt: Proben mit hoher magnetischer Sättigung (HMS) und solche mit niedriger magnetischer Sättigung (NMS). Mit einem Wert von durchschnittlich 11,49 ± 0,2 µT/m³/kg

$11.49 \pm 0.2 \mu\text{T}/\text{m}^3/\text{kg}$, whereas LMS samples have $< 11 \mu\text{T}/\text{m}^3/\text{kg}$ with an average value of $10.21 \pm 0.2 \mu\text{T}/\text{m}^3/\text{kg}$. Each category corresponds to a single batch and each batch contains several WC-Co rods. The samples used are given a name that indicates the batch and the rod number.

As a reference method for hard metal preparation we chose broad ion beam milling (BIB) (I1). The method is proven to provide the best surface for metallurgical characterization [6].

Each sample prepared for BIB must be mounted on a shield for ion milling. We use Acheson Silver Dag 1415 to glue the sample onto the shield. The samples are typically milled for 5–6 hours at 6 kV.

For comparison purposes, we apply a number of mechanical polishing techniques (M1-M3): mechanical polishing (M1), waterless mechanical polishing with corrosion inhibitors (M2), and waterless mechanical polishing with ion beam etching (M3). These all share the same embedding and grinding route and they differ in the lubricate and the polishing method used. The details are summarized in Table 1. The number shown next to the thinning step is the abrasives' grain size.

We also apply transmission electron microscopy (TEM) preparation methods (T1–T2) and compare the characteristics of WC-Co to the results obtained using the methods mentioned above. Focused ion beam (FIB) scanning electron microscope (SEM) milling is the most common method for TEM preparation (T1). Additionally, the last method used is TEM preparation with argon ion polishing (T2). A 3 mm disc in diameter is cut from the bulk; it undergoes mechanical

liegen HMS-Proben über $11 \mu\text{T}/\text{m}^3/\text{kg}$, während NMS-Proben mit durchschnittlich $10,21 \pm 0,2 \mu\text{T}/\text{m}^3/\text{kg}$ unter $11 \mu\text{T}/\text{m}^3/\text{kg}$ liegen. Die Kategorien entsprechen jeweils einer Charge, wobei jede Charge mehrere WC-Co-Stäbe umfasst. Die Proben bekommen eine Bezeichnung, aus der Charge und die Nummer des Stabs hervorgehen.

Als Referenzverfahren zur Hartmetallpräparation haben wir das Breitstrahl-Ionenätzen (BIB) (I1) gewählt. Das Verfahren bringt nachweislich die für die metallurgische Charakterisierung bestgeeigneten Oberflächen hervor [6].

Jede für BIB präparierte Probe muss für das Ionenstrahlätzen auf einem Probenhalter, der gleichzeitig ein Schutzschild ist, befestigt werden. Wir arbeiten mit Acheson Silver Dag 1415, um die Probe auf den Probenhalter aufzukleben. Die Proben werden in der Regel 5–6 Stunden lang bei 6 kV geätzt.

Für Vergleichszwecke arbeiten wir mit mehreren mechanischen Polierverfahren (M1-M3): mechanisches Polieren (M1), wasserloses mechanisches Polieren mit Korrosionsinhibitoren (M2) und wasserloses mechanisches Polieren durch Ionenstrahlätzen (M3). Einbettung und Schliff laufen bei all diesen Routinen gleich ab. Sie unterscheiden sich aber in der Art der Schmierung und Politur. Einzelheiten hierzu gehen aus unten stehender Tabelle 1 hervor. Bei der neben den Dünnungsschritten angezeigten Zahl handelt es sich um die Korngröße des Schleifmittels.

Wir setzen außerdem TEM-Präparationsverfahren (T1–T2) ein und vergleichen die Eigenschaften von WC-Co mit denen der mit oben genannten Verfahren präparierten Proben. Das Ionenstrahlätzen mit fokussiertem Ionenstrahl (FIB) in Kombination mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) ist das gebräuchlichste Verfahren zur TEM-Präparation (T1). Schließlich wurde als letztes Verfahren zudem eine TEM-Präparation mittels Argon-Ionen-Politur (T2) durchgeführt. Aus dem Volumen

| Method / Verfahren | Thinning step / Dünnung | Waterless mechanical polishing with corrosion inhibitors (M2) / Wasserlose mechanische Politur mit Korrosionsinhibitoren (M2) | Waterless mechanical polishing with ion beam etching (M3) / Wasserlose mechanische Politur mit Ionenstrahlätzung (M3) |
|---|--|---|---|
| | Mechanical polishing (M1) / Mechanische Politur (M1) | | |
| Grinding (> 3 µm) / Schleifen (> 3 µm) | Distilled water / Destilliertes Wasser | DP-Lubricant Brown (Struers) / DP-Schmiermittel Braun (Struers) | DP-Lubricant Brown (Struers) / DP-Schmiermittel Braun (Struers) |
| Polishing (≤ 3 µm) / Polieren (≤ 3 µm) | Active oxide colloidal silica (OP-U – Struers) / Aktives kolloidales Siliciumoxid (OP-U) (Struers) | Avilub Metacoal AFS-COB Extra (Avia) / Avilub Metacoal AFS-COB Extra (Avia) | Argon plasma / Argon-Plasma |

Table 1: Summary of phase distributions based on EBSD measurements.

Tabelle 1: Zusammenfassung der Präparationsverfahren für mechanisch polierte Proben.

grinding and polishing using Allied Multi-Prep; it differs from other mechanical polishing procedures as this method uses ultrafine diamond lapping films which speed up the process. The MultiPrep is a semi-automatic method and provides accurate control over the sample thickness. Samples are thinned to approximately 100 µm thickness and subsequently dimpled. At the end, samples are milled with Ar ions until a hole appears in the thinnest dimple region. The circumference of the hole is an electron transparent region and is suitable for TEM characterization.

wird eine Scheibe mit 3 mm Durchmesser gestanzt, die mit dem Allied MultiPrep mechanisch geschliffen und poliert wird. Das Verfahren unterscheidet sich zu anderen mechanischen Polierverfahren dahingehend, dass hier ultrafeine Diamantläppfolien verwendet werden, wodurch der Prozess beschleunigt wird. Das MultiPrep-Verfahren ist halbautomatisch und bietet genaue Kontrolle über die Probendicke. Die Proben werden auf eine Dicke von etwa 100 µm gedünnt. Anschließend wird auf einer Seite der Probe eine Vertiefung geschliffen und poliert. Sie werden schließlich mit Ar-Ionen geätzt, bis im dünnsten Muldenbereich ein Loch entsteht. Die Peripherie des Lochs ist ein für die TEM-Charakterisierung geeigneter elektronentransparenter Bereich.

2 Electron microscopy characterization: SEM & EBSD

The surface analysis has been carried out for all samples using secondary electrons (SE) in a Zeiss Ultra 55 field emission gun (FEG) microscope and in an FEI environmental

2 Charakterisierung mit dem Elektronenmikroskop: REM und EBSD

Die Oberflächenanalyse aller Proben wurde mit Sekundärelektronen (SE) in einem Zeiss Ultra 55 Mikroskop mit Feldemissionskanone (FEG) und einem FEI-„Environmental Scan-

scanning electron microscope (ESEM) Quanta 450 FEG. The acceleration voltage used varies between 5–10 kV and the working distance is between 5–12 mm. Successful electron backscatter diffraction (EBSD) measurements are also shown next to the SEM surface images. The EBSD scans do not necessarily correspond to the image acquisition location. In the EBSD map, we see the phase distribution of WC (yellow), FCC cobalt (green,) and HCP cobalt (red). All EBSD data are cleaned for one iteration using "Cleanup Dataset" function in orientation imaging microscopy (OIM) analysis, the parameters are: grain tolerance angle: 5, minimum grain size: 6, restrict cleanup to points with CIs less than 0.05. We neglect any points with confidence index below 0.05 when reporting our EBSD data; these neglected points are plotted as black points in the EBSD maps. The scans are done at 15 kV using 120 μm lens with high current settings. The working distance for our EBSD measurements is set at 15 mm. Below, we show the 6 different procedures first for HMS and then for LMS samples. A summary of the phase distribution values is given in Table 2.

Our reference for surface and EBSD characterization is BIB, the SE image and the EBSD phase distribution map are shown in Figure 1. In the EBSD map, we see an excellent coverage of cobalt indexing, the area scanned is approximately $60 \times 50 \mu\text{m}$ with 50 nm step size between each point at 10×10 binning and a 9×9 medium mask; the mapped area is relatively large compared to the SE image, as we need an adequate scanning area for an accurate representation of the cobalt/WC phase distribution. In the case of SE image, we are interested in observing the cobalt grains, as we will see in further samples that, depending on the method used, the appearance of these grains will change.

ning Electron Microscope" auch auf Deutsch Umweltrasterelektronenmikroskop (ESEM) Quanta 450 FEG durchgeführt. Die Beschleunigungsspannung variiert zwischen 5–10 kV und der Arbeitsabstand beträgt zwischen 5–12 mm. Neben den REM-Aufnahmen der Oberfläche werden auch erfolgreiche EBSD-Messungen abgebildet. Die EBSD-Scans entsprechen nicht unbedingt dem Ort, an dem die Aufnahme gemacht wurde. Die EBSD-Map zeigt die Phasenverteilung von WC (gelb), FCC-Cobalt (grün) und HCP-Cobalt (rot). Alle EBSD-Daten werden für eine Iteration mit der Funktion „Cleanup Dataset“ in OIM Analysis bereinigt. Die Parameter lauten: Korntoleranzwinkel: 5, Mindestkorngröße: 6, Beschränkung der Bereinigung auf Punkte mit CIs unter 0,05 (CI = Confidence Index (Vertrauensindex)). Bei der Angabe unserer EBSD-Daten berücksichtigen wir keine Punkte mit einem Vertrauensindex von unter 0,05. Die nicht berücksichtigten Punkte werden in EBSD-Maps als schwarze Punkte dargestellt. Die Scans werden bei 15 kV mit einer 120- μm -Linse und Hochstromeinstellung durchgeführt. Der Arbeitsabstand für unsere EBSD-Messungen ist auf 15 mm eingestellt. Im Folgenden zeigen wir die sechs verschiedenen Verfahren zunächst an HMS- und dann an NMS-Proben. In Tabelle 2 sind die Werte der Phasenverteilung zusammengefasst.

Unsere Referenz für die Oberflächen- und EBSD-Charakterisierung ist BIB. Bild 1 zeigt die entsprechende SE-Aufnahme und die EBSD-Phasenverteilungs-Map. In der EBSD-Map ist eine hervorragende Abdeckung mit indiziertem Cobalt zu erkennen. Der gescannte Bereich hat eine Größe von etwa $60 \times 50 \mu\text{m}$ bei einer Schrittweite von 50 nm zwischen den Punkten bei einem 10×10 -Binning-Modus und einer mittleren 9×9 -Maske. Der in der Map abgebildete Bereich ist im Vergleich zur SE-Aufnahme relativ groß, da für eine genaue Darstellung der Cobalt/WC-Phasenverteilung ein ausreichend großer Scanbereich benötigt wird. Hinsichtlich der SE-Aufnahme liegt unser Interesse in der Betrachtung der Cobaltkörner,

| Technique / Verfahren | WC | Co FCC | Co HCP | Total Co from all points (%) / Co aller Punkte (%), gesamt | Indexed Co (%) |
|-----------------------|-------|--------|--------|--|----------------|
| HMS I1 | 89.0 | 10.4 | 0.7 | 11.1 | 6.73 |
| HMS M1 | 100.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | – |
| HMS M2 | 99.3 | 0.5 | 0.2 | 0.7 | 28.5 |
| HMS M3 | 94.0 | 1.3 | 4.7 | 6.0 | 78.3 |
| HMS T1 | 85.0 | 5.4 | 9.6 | 15 | 64.0 |
| HMS T2 | 95.8 | 4.1 | 0.1 | 4.2 | 2.38 |
| LMS I1 | 88.3 | 11.5 | 0.2 | 11.7 | 1.71 |
| LMS M1 | 100.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | – |
| LMS M2 | 98.1 | 1.6 | 0.3 | 1.9 | 15.8 |
| LMS M3 | 95.2 | 4.6 | 0.2 | 4.8 | 4.17 |
| LMS T1 | 5.4 | 29.9 | 64.7 | 94.6 | 68.4 |
| LMS T2 | 94.9 | 4.9 | 0.2 | 5.1 | 3.92 |

Table 2: Summary of preparation procedures for mechanically polished samples.

Tabelle 2: Auf EBSD-Messungen basierende Zusammenfassung der Phasenverteilungen.

denn das Aussehen der Körner ändert sich mit dem Verfahren, wie wir bei weiteren Proben sehen werden.

The result of M1 procedure, shown in Figure 2, delivered a good surface finish for WC, but not for cobalt. We face the problem of

Bild 2 zeigt das Ergebnis des M1-Verfahrens. Es lieferte eine gute Oberflächengüte für WC, aber nicht für Cobalt: Während der Präparati-

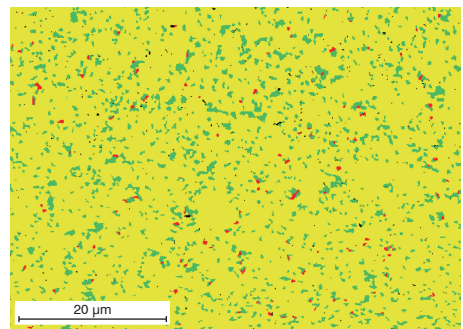
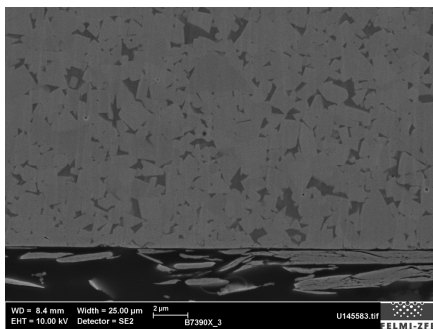


Figure 1: I1 surface of HMS sample with a corresponding phase distribution scan generated from the EBSD signal. Yellow = WC, green = FCC cobalt, red = HCP cobalt.

Bild 1: I1-Oberfläche der HMS-Probe mit einem entsprechenden Phasenverteilungs-Scan, der aus dem EBSD-Signal generiert wurde. Gelb = WC, Grün = FCC-Cobalt, Rot = HCP-Cobalt.

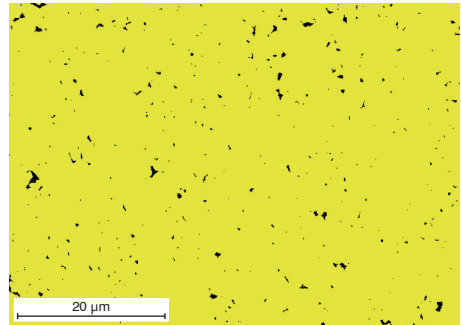
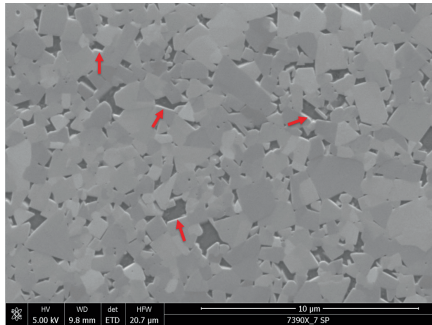


Figure 2: M1 of HMS sample. Red arrows indicating the edge effect and the corresponding EBSD map of the surface. Yellow = WC.

Bild 2: M1 der HMS-Probe. Entsprechende EBSD-Map der Oberfläche; rote Pfeile zeigen Kanteneffekte an. Gelb = WC.

cobalt leaching during preparation. Due to that, we were unable to obtain a good EBSD map for the corresponding route applied, as no signal was detected from the backscattered electrons from cobalt. The red arrows show bright edges, which means that the cobalt grains and surrounding WC are not on the same level.

We change the grinding medium to non-water-based solution; adding to that, we use a cobalt corrosion inhibitor solution to hinder the dissolution of cobalt as much as possible for better cobalt indexing in EBSD. Nevertheless, as seen in Figure 3, the indexing is bad, though a cobalt signal is detected. Moreover, the edge effect is seen in Figure 3; the white dots in the SE image are a residue from the polishing solution.

We apply an identical grinding procedure to the sample in Figure 3. The polishing is done this time using argon plasma etching for 7 minutes. We can obtain good phase mapping, although we notice a phase transformation of the majority of FCC cobalt to HCP cobalt. This means that the argon plasma etching is altering the crystal structure on the

on werden wir mit dem Problem des Cobalt-Leachings konfrontiert. Infolgedessen konnten wir für die entsprechende Routine keine gute EBSD-Map erhalten, da kein Rückstreuungselektronensignal von Co erhalten wurde. Die roten Pfeile zeigen helle Kanten. Das heißt, Cobaltkörner und umgebendes WC liegen nicht auf derselben Ebene.

Wir wechseln das Schleifmedium und verwenden eine nicht wasserbasierte Lösung. Außerdem greifen wir auf eine Lösung mit einem Korrosionsinhibitor für Cobalt zurück, um die Auslösung von Cobalt so weit wie möglich zu verhindern und beim EBSD eine bessere Indizierung des Cobalts zu erzielen. Obwohl ein Cobaltsignal erkannt wird, fällt die Indizierung, wie in Bild 3 zu erkennen, schlecht aus. Hier treten darüber hinaus Kanteneffekte auf. Bei den weißen Punkten in der SE-Aufnahme handelt es sich um Rückstände der Polierlösung.

Wir wenden bei der in Bild 3 gezeigten Probe das gleiche Schleifverfahren an. Dieses Mal wird die Probe 7 Minuten lang mittels Argon-Plasmaätzen poliert. Wir erhalten eine gute Phasen-Map, obwohl eine Phasenumwandlung des Großteils des FCC-Cobalts zu HCP-Cobalt festzustellen ist. Das bedeutet, dass die Kristallstruktur auf der Probenoberfläche

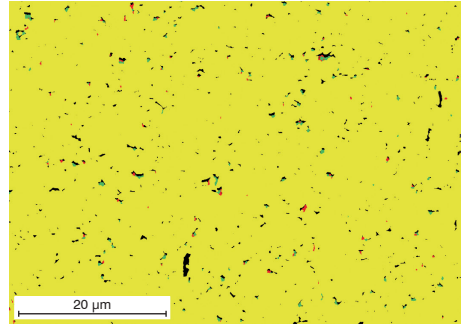
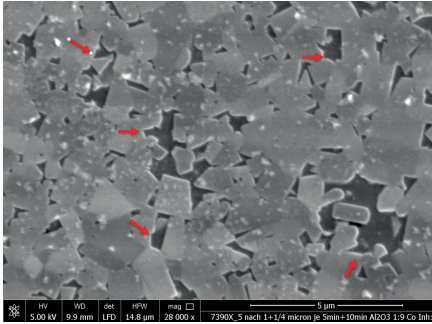


Figure 3: M2 of HMS sample and its EBSD map. Yellow = WC, green = FCC cobalt, red = HCP cobalt. Edge effect is marked with red arrows.

Bild 3: M2 der HMS-Probe und entsprechende EBSD-Map. Gelb = WC, Grün = FCC-Cobalt, Rot = HCP Cobalt; Kanteneffekte sind mit roten Pfeilen gekennzeichnet.

surface of the sample. The mapping also shows a drop in total cobalt indexed compared to the sample in Figure 1 (see Table 2.)

We also compare the most used TEM preparation method, FIB, to our method of choice I1. We notice that most of the indexed grains are HCP, which potentially means that the method induces preparation errors and misrepresents of the results.

durch das Argon-Plasmaätzen verändert wird. Im Vergleich zur Probe in Bild 1 zeigt die Map auch einen Rückgang des insgesamt indizierten Cobalts (siehe Tabelle 2.)

Wir vergleichen außerdem das am häufigsten verwendete TEM-Präparationsverfahren, FIB, mit dem Verfahren unserer Wahl, I1. Wir stellen fest, dass es sich bei den meisten indizierten Körnern um HCP handelt. Das bedeutet möglicherweise, dass das Verfahren Präparationsfehler hervorruft und falsche Ergebnisse angezeigt werden.

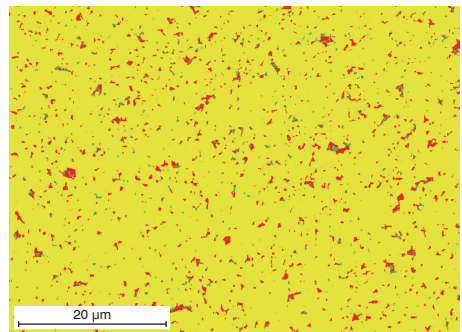
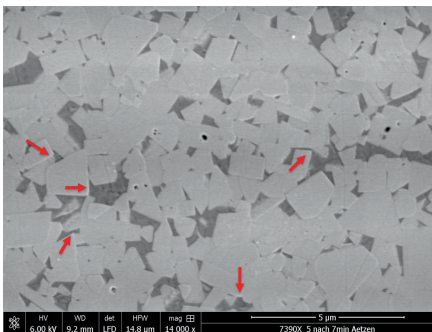
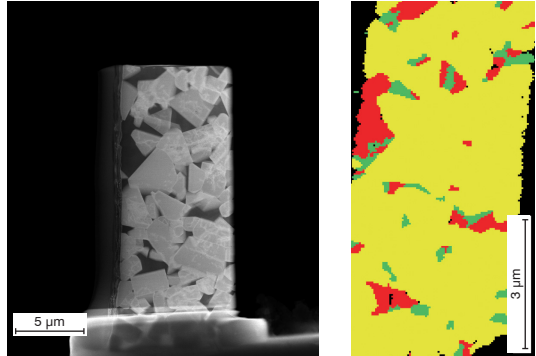


Figure 4: M3 of HMS sample with its EBSD map. Yellow = WC, green = FCC cobalt, red = HCP cobalt. Edge effect is indicated by red arrows.

Bild 4: M3 der HMS-Probe mit entsprechender EBSD-Map. Gelb = WC, Grün = FCC-Cobalt, Rot = HCP-Cobalt; Kanteneffekte sind mit roten Pfeilen gekennzeichnet.

Figure 5: FIB lamella of HMS sample with its EBSD map. Yellow = WC, green = FCC cobalt, red = HCP cobalt.

Bild 5: FIB-Lamelle der HMS-Probe mit entsprechender EBSD-Map. Gelb = WC, Grün = FCC-Cobalt, Rot = HCP-Cobalt.



For the sample in Figure 6, the T2 procedure was chosen. As seen, we obtain a good EBSD quality surface, though the amount of indexed points is less than the amount seen in Figure 1. Adding to that, the preparation route done is time consuming and tedious.

The same procedure is done for all LMS samples, and the results are mostly identical. Figure 7 shows our reference method as well as the corresponding surface using SE. In most cases, HMS samples have a higher indexed HCP cobalt percentage than the LMS ones.

Bei der in Bild 6 gezeigten Probe wurde das T2-Verfahren gewählt. Wir erreichen hier, trotz einer geringeren indizierten Menge als in Bild 1, eine Oberfläche in guter EBSD-Qualität. Es ist hier anzumerken, dass diese Präparationsroutine zeitaufwändig und mühsam ist.

Das gleiche Verfahren wird bei allen NMS-Proben angewendet und die Ergebnisse fallen weitestgehend identisch aus. Bild 7 zeigt das Ergebnis unseres Referenzverfahrens sowie die entsprechende Oberfläche als SE-Aufnahme. In den meisten Fällen liegt bei HMS-Proben ein höherer indizierter HCP-Cobaltanteil vor als bei NMS-Proben.

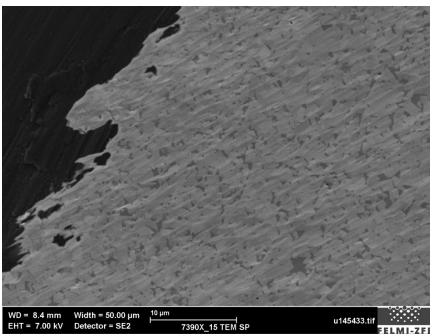


Figure 6: T2 of HMS sample and its corresponding EBSD map. Yellow = WC, green = FCC cobalt, red = HCP cobalt.

Bild 6: T2 der HMS-Probe und entsprechende EBSD-Map. Gelb = WC, Grün = FCC-Cobalt, Rot = HCP-Cobalt.

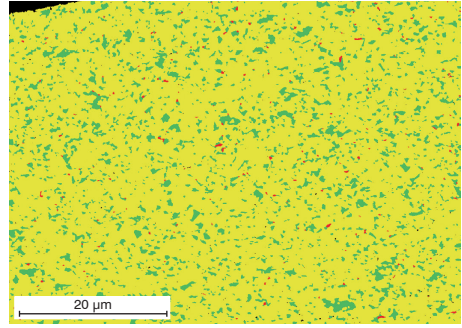
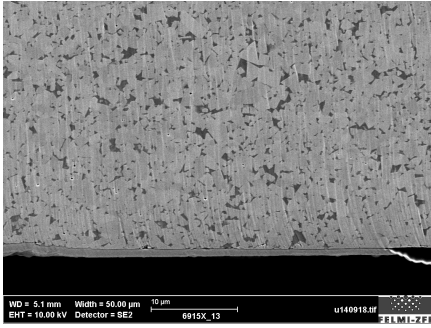


Figure 7: I1 LMS sample with its EBSD map. Yellow = WC, green = FCC cobalt, red = HCP cobalt.

Bild 7: I1-NMS-Probe mit entsprechender EBSD-Map. Gelb = WC, Grün = FCC-Cobalt, Rot = HCP-Cobalt.

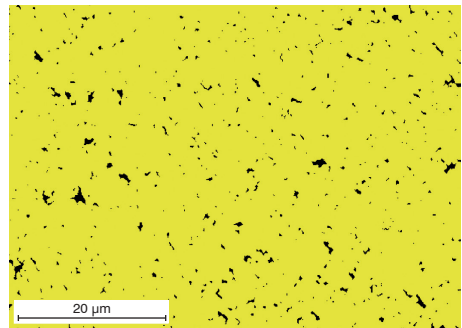
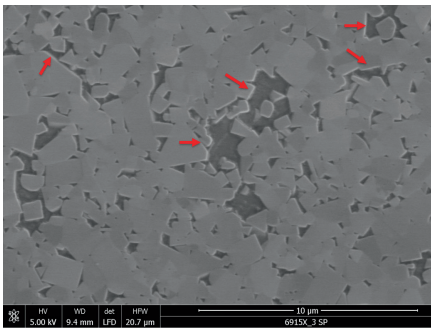


Figure 8: M1 of LMS sample and the corresponding EBSD map. Yellow = WC. Edge effect is marked with red arrows.

Bild 8: M1 der NMS-Probe und entsprechende EBSD-Map. Gelb = WC. Kanteneffekte sind mit roten Pfeilen gekennzeichnet.

In Figure 8, similar to Figure 2, the applied route is not good enough for EBSD analysis as previously seen and mentioned in Figure 2; therefore, further processing steps are needed. Our system was not able to index cobalt grains, as can be seen in the EBSD map in Figure 8.

We can still see the difference in the degree of polishing between WC and Co (Figure 9). We are able to detect a cobalt signal; the EBSD map shows poor cobalt indexing.

In Bild 8 zeigt sich ähnlich wie in Bild 2, dass die angewendete Routine für die EBSD-Analyse nicht ausreichend geeignet ist. Es sind daher weitere Präparationsschritte erforderlich. Unser System konnte, wie in der EBSD-Map in Bild 8 zu erkennen, keine Cobaltkörner indizieren.

Wir können noch immer den Unterschied beim Poliergrad zwischen WC und Co erkennen (Bild 9). Wir können Cobaltsignale erkennen, aber die EBSD-Map zeigt eine schlechte Indizierung von Cobalt.

The phase transformation in Figure 4 did not occur in the LMS, which means that the effect is related to the interaction between the argon plasma and the HMS sample. The surface and the quality of the indexed EBSD map are okay, though the issue of cobalt loss still stands, as the total percentage of indexed cobalt is much less compared to Figure 8. We still see cobalt leaching and bright edges of WC. Nevertheless, it is not as dramatic as it was possible to consistently obtain EBSD maps.

Eine Phasenumwandlung wie in Bild 4 fand in der NMS-Probe nicht statt. Daraus lässt sich folgern, dass das Phänomen auf eine Wechselwirkung zwischen dem Argon-Plasma und der HMS-Probe zurückgeführt werden kann. Oberfläche und Qualität der indizierten EBSD-Map sind in Ordnung. Allerdings besteht das Problem des Cobaltverlusts weiterhin, da der Gesamtanteil des indizierten Cobalts im Vergleich zu Bild 8 viel geringer ist. Es sind noch immer Cobalt-Leaching und helle WC-Kanten zu erkennen. Das Ergebnis ist allerdings nicht wirklich dramatisch, denn es war möglich, durchweg EBSD-Maps zu erhalten.

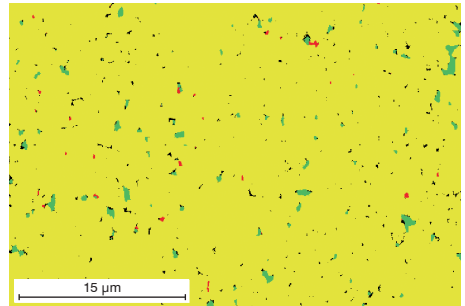
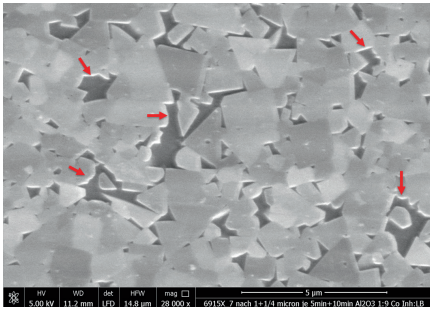


Figure 9: M2 of LMS sample with the corresponding EBSD map. Yellow = WC, green = FCC cobalt, red = HCP cobalt. Red arrows are used to mark some of leached cobalt grains.

Bild 9: M2 der NMS-Probe mit entsprechender EBSD-Map. Gelb = WC, Grün = FCC-Cobalt, Rot = HCP-Cobalt. Einige der ausgelösten Cobalt-Körner sind mit roten Pfeilen markiert.

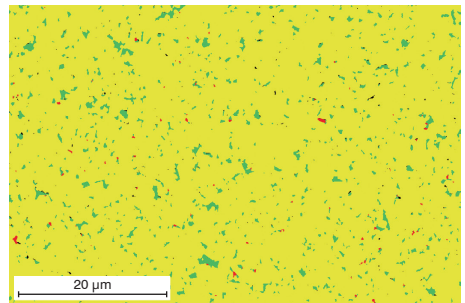
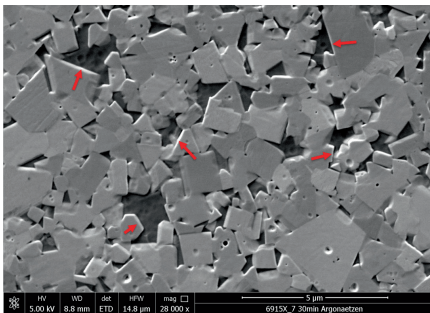


Figure 10: M3 of LMS sample with its EBSD map. Yellow = WC, green = FCC cobalt, red = HCP cobalt.

Bild 10: M3 der NMS-Probe mit entsprechender EBSD-Map. Gelb = WC, Grün = FCC-Cobalt, Rot = HCP-Cobalt.

In Figure 11, we were not able to get diffraction WC patterns, though it was possible for cobalt. Furthermore, just like in Figure 5, most of the cobalt grains transformed to HCP. This confirms that T1 does influence the crystal structure of individual cobalt grains and causes a phase transition. The method should and must not be applied if the binder phase is of an interest. The interaction between the gallium beam and the Cobalt grains in FIB directly influences the cobalt microstructure in WC-Co.

Figure 12 shows the T2 route for a LMS sample. Just like with the HMS sample, good pattern indexing is achieved, though figure 6 shows a decrease of total cobalt indexed.

3 Discussion

Based on our investigations, we can report the following findings: in terms of the influence of sample preparation, both high magnetic saturated and low magnetic saturated have mostly similar behavior, except for the case of M3 (waterless polishing with argon plasma etching). All routes that involved mechanical polishing are not adequate for EBSD characterization due to cobalt losses. In addition, the M3 procedure caused the FCC cobalt phase to transition to HCP in samples with HMS; this phase transition was not ob-

In Bild 11 konnten wir zwar für Cobalt, aber nicht für WC Beugungsmuster erhalten. Wie aus Bild 5 hervorgeht, kam es bei den meisten Cobaltkörnern zu einer Phasenumwandlung zu HCP. Das bestätigt, dass sich T1 auf die Kristallstruktur einzelner Cobaltkörner auswirkt und einen Phasenübergang hervorruft. Das Verfahren sollte und darf dann nicht angewendet werden, wenn die Bindephase von Interesse ist. Der FIB-Galliumstrahl wirkte sich direkt auf das Cobaltgefüge in WC-Co aus.

Bild 12 zeigt das Ergebnis der T2-Routine für eine NMS-Probe. Wie bei der HMS-Probe fällt die Musterindizierung gut aus, obwohl in Bild 6 eine Abnahme des insgesamt indizierten Cobalts festzustellen ist.

3 Diskussion

In unseren Untersuchungen erzielten wir die folgenden Ergebnisse: Im Hinblick auf den Einfluss der Probenpräparation zeigen sowohl Proben mit hoher magnetischer Sättigung als auch Proben mit niedriger magnetischer Sättigung ein größtenteils ähnliches Verhalten, mit Ausnahme von M3 (wasserloses Polieren mittels Argon-Plasmaätzen). Alle Routinen, in denen mit einer mechanischen Politur gearbeitet wird, sind aufgrund von Cobaltverlusten nicht für die EBSD-Charakterisierung geeignet. Darüber hinaus führte das M3-Verfahren

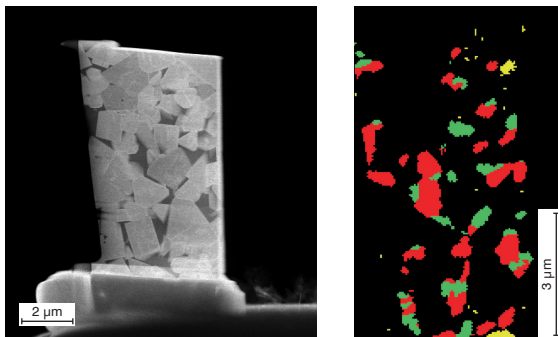


Figure 11: FIB lamella of LMS sample and the acquired EBSD map. Yellow = WC, green = FCC cobalt, red = HCP cobalt.

Bild 11: FIB-Lamelle bzw. NMS-Probe und aufgenommene EBSD-Map. Gelb = WC, Grün = FCC-Cobalt, Rot = HCP-Cobalt.

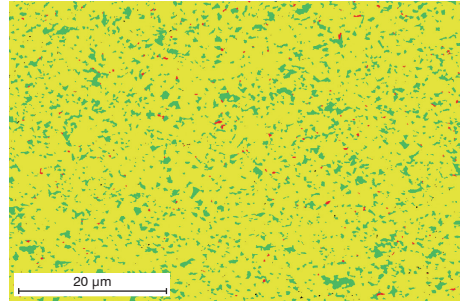
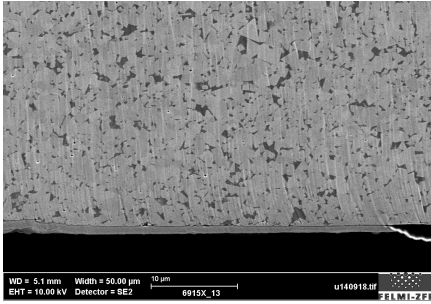


Figure 12: T2 of LMS sample with its EBSD map. Yellow = WC, green = FCC cobalt, red = HCP cobalt.
Bild 12: T2 der NMS-Probe mit entsprechender EBSD-Map. Gelb = WC, Grün = FCC-Cobalt, Rot = HCP-Cobalt.

served in the low magnetically saturated samples. All samples that underwent any sort of mechanical polishing showed a decrease in total cobalt indexed in comparison to I1 (broad ion beam milling). Despite these results, any applied route is sufficient for methods with big interaction volume, such as X-ray diffraction (XRD). Samples that involved an ion milling step showed better indexing using EBSD. In the case of BIB, the sample preparation is straight forward; the drawbacks for this method are the specialized equipment, the extra blade required to operate the machine [6], and the limited characterization region. T1 (FIB-SEM) is not recommended for a binder phase analysis due to FCC to HCP cobalt phase transition. T2 (standard TEM and ion polishing) provides a large characterization area at the cost of the reduction of cobalt indexed in EBSD. We can confidently state that FIB induces cobalt phase transition in all samples we analyzed, due to the interaction between the gallium beam and cobalt grains. For precise and concise microstructural investigations, only I1 (broad ion beam milling) is recommended.

dazu, dass die FCC-Cobaltphase in Proben mit HMS zu HCP überging. In den Proben mit niedriger magnetischer Sättigung konnte dieser Phasenübergang nicht beobachtet werden. Bei allen Proben, die in irgendeiner Form mechanisch poliert wurden, ging der Wert des insgesamt indizierten Cobalts im Vergleich zu I1 (Breitstrahl-Ionenätzen) zurück. Trotz dieser Ergebnisse ist jedes der angewandten Routinen für Verfahren mit großem Interaktionsvolumen, beispielsweise Röntgenbeugung, ausreichend. Für Proben, die im Rahmen der Präparation ionenstrahlgeätzt wurden, wird mittels EBSD eine bessere Indizierung erzielt. Die Probenpräparation mit BIB ist unkompliziert. Zu den Nachteilen des Verfahrens zählen das spezielle Gerät, die zum Betrieb des Geräts erforderliche zusätzliche Probenhalter [6] und der begrenzte Charakterisierungsbereich. Aufgrund des Phasenübergangs von FCC zu HCP wird T1 (FIB-REM) nicht für eine Analyse der Bindephase empfohlen. T2 (Standard-TEM und Ionenpolieren) ermöglicht einen großen Charakterisierungsbereich auf Kosten eines Rückgangs des in EBSD indizierten Cobalts. Wir können mit Sicherheit sagen, dass FIB aufgrund der Wechselwirkung zwischen dem Galliumstrahl und den Cobaltkörnern in allen von uns analysierten Proben einen Cobaltphasenübergang induziert. Für präzise Gefügeuntersuchungen wird lediglich I1 (Breitstrahl-Ionenätzen) empfohlen.

4 Conclusion

Sample preparation is the most important step in any microscopic analysis. Choosing and understanding the applicability of each procedure is as important as the interpretation of the results. We show that established techniques provide an altered representation of the samples. We also show that a substantial phase transition takes place in the case of plasma etching. Such methods must not be used for a binder phase characterization. We also recommend assessing the magnetic saturation of the sample and reporting it in the research work. The amount of HCP cobalt present is not sufficient as an indicator to determine the magnetic behavior of WC-Co tools; nevertheless, it may act as an indicator if the characterization is done consistently. Unfortunately, depending solely on mechanical polishing is inadequate for a binder phase characterization. As a result, to obtain the best surface currently possible, BIB must be used to provide a defect-free and EBSD compatible surface. Separate samples have to be prepared for XRD and TEM characterization.

5 Acknowledgement

We thank Martina Dienstleder, Anita Rossmann-Perner, Arnela Blažević, and Emma Kramer for their assistance in the sample preparation. We extend our gratitude to Daniel Knez for performing TEM measurements. This project has received funding from the Austrian Research Promotion Agency (FFG) (project "QualiTool", number 39177565).

4 Schlussfolgerung

Die Probenpräparation ist der wichtigste Schritt jeder mikroskopischen Analyse. Die Auswahl und das Wissen um die Anwendbarkeit jedes Verfahrens ist ebenso wichtig wie die Interpretation der Ergebnisse. Es wird aufgezeigt, dass etablierte Techniken eine unterschiedliche Darstellung der Proben hervorbringen. Gezeigt wird außerdem, dass Plasmaätzen einen wesentlichen Phasenübergang hervorruft. Solche Verfahren dürfen zur Charakterisierung der Bindephase nicht angewendet werden. Wir empfehlen außerdem, die magnetische Sättigung der Probe zu ermitteln und in der Forschungsarbeit anzugeben. Die vorhandene Menge an HCP-Cobalt reicht als Kennzahl zur Bestimmung des magnetischen Verhaltens von WC-Co-Werkzeugen nicht aus, kann aber im Rahmen einer konsequenten Charakterisierung dennoch als Indikator dienen. Leider genügt es für die Charakterisierung der Bindephase nicht, ausschließlich auf eine mechanische Politur zu setzen. Um die derzeit bestmögliche Oberfläche zu erzielen, muss daher mit BIB gearbeitet werden, das eine fehlerfreie und sich für EBSD eignende Oberfläche hervorbringt. Für die Charakterisierung mittels XRD und TEM müssen separate Proben präpariert werden.

5 Danksagung

Wir danken Martina Dienstleder, Anita Rossmann-Perner, Arnela Blažević und Emma Kramer für ihre Unterstützung bei der Probenpräparation. Wir danken Daniel Knez für die Durchführung von TEM-Messungen. Dieses Projekt wurde von der Österreichischen Forschungsförderungsgesellschaft (FFG) gefördert (Projekt „QualiTool“, Nummer 39177565).

References / Literatur

- [1] Ortner, H. M.; Ettmayer, P.; Kolaska, H.: The history of the technological progress of hardmetals. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 44 (2014), pp. 148–159. DOI:10.1016/j.ijrmhm.2013.07.014
- [2] Fernandes, C.; Rocha, J. C. A.; Bastos, A.; Soares E.; Sacramento, J.; Ferreira, M.; Senos, A.: WC-stainless steel hardmetals. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 72 (2018), pp. 21–26. DOI:10.1016/j.ijrmhm.2017.11.046
- [3] Bennett, E.; Lay, L.; Morrell, R.; Roebuck, B.: A National Measurement Good Practice Guide No. 21: Microstructural Measurements on Ceramics and Hardmetals, Teddington, Middlesex: National Physical Laboratory (1997), pp. 39–40.
- [4] Marshall, J.; Sweetman, G.: Binder Phase Morphology in WC-Co Hard Metals. *PM2010 World Congress - Hardmetals I* (2010).
- [5] Rettenmayr, M.; Exner, H. E.; Mader, W.: Electron microscopy of binder phase deformation. *Materials Science and Technology* 4 (1988) 11, pp. 984–990. DOI:10.1179/mst.1988.4.11.984
- [6] Winiarski, B.; Gholinia, A.; Mingard, M. G. K.; Thompson G.; Withers, P.: Broad ion beam serial section tomography. *Ultramicroscopy* 172 (2017), pp. 52–64. DOI:10.1016/j.ultramic.2016.10.014
- [7] Garcia, J.; Collado Cipres, V.; Blomqvist, A.; Kaplan, B.: Cemented carbide microstructures: a review. *International Journal of Refractory Metals* 80 (2019), pp. 40–68. DOI:10.1016/j.ijrmhm.2018.12.004

Bibliography

DOI 10.1515/pm-2025-0017

Pract. Metallogr. 62 (2025) 4; page 232–246

© 2025 Walter de Gruyter GmbH,

Berlin/Boston, Germany

ISSN 0032–678X · e-ISSN 2195–8599

DI Anas Alatrash BSc



is a junior scientist at Institute for Electron Microscopy and Nanoanalysis at Graz University of Technology. His work is focused on analysis of diamond coating layer adhesion of tungsten carbide tools.