

## Quantification of methods used in field metallography using the example of quality assurance measures for a circular economy for high-alloy steels

Quantifizierung von Methoden der Ambulanten Metallographie an qualitätssichernden Maßnahmen einer zirkulären Wertschöpfung hochlegierter Stähle

P. Kronenberg, L. Wieczorek, S. L. Weber, A. Röttger

Zuerst veröffentlicht in · First published in:

*Pract. Metallogr.* **2022**, 59, 296-316. <https://doi.org/10.1515/pm-2022-0034>

---

Die Verlagsveröffentlichung ist verfügbar unter [www.degruyter.com](http://www.degruyter.com). · The final publication is available at [www.degruyter.com](http://www.degruyter.com).

Die Zweitveröffentlichung der originalen Verlagspublikation erfolgte gemäß der [Repository Policy des Verlages](#). · Secondary publication of the publisher version was carried out in accordance with the [publisher's repository policy](#).

© 2022 Walter de Gruyter GmbH, Berlin/Boston, Germany  
Alle Rechte vorbehalten · All rights reserved

---

*P. Kronenberg, L. Wieczorek, S. L. Weber, A. Röttger*

# Quantification of methods used in field metallography using the example of quality assurance measures for a circular economy for high-alloy steels

## Quantifizierung von Methoden der Ambulanten Metallographie an qualitätssichernden Maßnahmen einer zirkulären Wertschöpfung hochlegierter Stähle

*Received: January 28, 2022*

*Accepted: March 09, 2022*

*Translation: V. Müller*

*Eingegangen: 28. Januar 2022*

*Angenommen: 09. März 2022*

### Abstract

This study aims to develop a method for on-site metallography, enabling the characterization of carbide banding in cold-work steels via cellulose acetate film replication. It will be demonstrated that for this purpose, it is sufficient to grind the sample surface using P1500 mesh SiC abrasive paper and

### Kurzfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wird ein Vorgehen für eine Vor-Ort Metallographie entwickelt, mit der die Karbidzeitligkeit von Kaltarbeitsstählen über einen Celluloseacetatfolienabdruck ermittelt werden kann. Hierfür ist es ausreichend, dass die Probenoberfläche mit einem SiC-Schleifpapier mit P1500 Mesh Körnung ge-

### Authors:

**M.Sc. Philipp Kronenberg, M.Sc. Lucas Wieczorek, Prof. Dr.-Ing. Arne Röttger**

Bergische Universität Wuppertal, Fakultät für Maschinenbau und Sicherheitstechnik, Lehrstuhl für Neue Fertigungstechnologien und Werkstoffe, Bahnhofstraße 15, 42651 Solingen; E-Mail: Kronenberg.fuw@uni-wuppertal.de

**Prof. Dr.-Ing. Sebastian Ludger Weber** Ruhr-Universität Bochum, Fakultät

Maschinenbau, Institut für Werkstoffe, Lehrstuhl Werkstofftechnik, Universitätsstr. 150, 44801 Bochum

etch it with  $V_2A$  etchant or nitric acid for 7 minutes. By sample preparation and etching, the matrix of the parent material is sufficiently removed for the carbides to leave a "negative" impression on the film. This negative replica can then be studied under reflected light microscope, enabling the characterization of carbide banding.

**Keywords:** *On-site metallography, repurposing, carbide banding, metallographic replication, cellulose acetate film replication*

## 1 Introduction

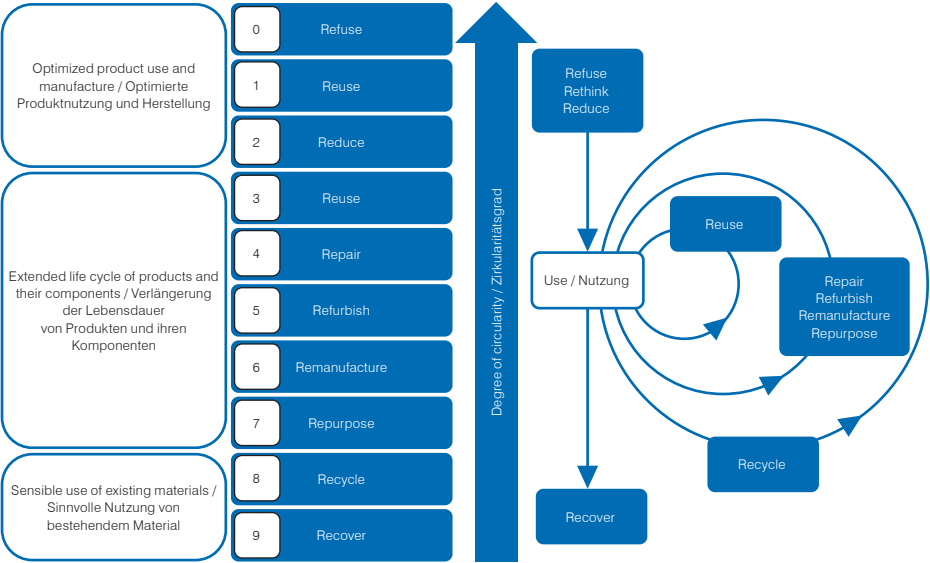
As the demand for resources with limited availability is growing, the development of and research into sustainable concepts, taking into account product manufacture with less resource input and the recovery of raw materials at the end of a product's life cycle, has become necessary. Germany is primarily pursuing the approach to a linear economy, better known as the "throw-away society" where natural resources are used as primary materials for the production of consumer goods. Usually, these consumer goods are disposed of after a short use phase and the materials and components which are partly reusable are not utilized to a satisfactory degree. Applying the concept of a circular economy can allow these resources to enter a new and thus extended use phase. The transition from a linear to a modern and sustainable circular economy requires a structured approach and the introduction of concrete measures. A possible strategy for the implementation of a circular economy is the 10R framework proposed by *Potting et al.* [1] (Fig. 1). The 10 Rs stand for ten terms which refer to different possibilities for resource management within a circular economy. In their approach, *Potting et al.* [1] classify the 10 Rs into three groups according to their degree of circularity.

schliffen und anschließend für 7 min mit  $V_2A$ -Beize oder Salpetersäure geätzt wird. Durch das Präparieren und Ätzen wird ausreichend Grundmatrix abgetragen, so dass die Karbide einen negativen Abdruck in der Folie erzeugen. Dieser Negativabdruck kann anschließend unter einem Auflichtmikroskop betrachtet werden, was die Bestimmung der Karbidzeitigkeit erlaubt.

**Schlagwörter:** *Vor-Ort Metallographie, Repurpose, Karbidzeitigkeit, Abdrucktechnik, Celluloseacetatfolienabdruck*

## 1 Einleitung

Der steigende Bedarf an begrenzt verfügbaren Ressourcen erfordert die Entwicklung und Erforschung nachhaltiger Konzepte, die eine Produkterzeugung mit geringerem Ressourceneinsatz und der Wiedergewinnung von Rohstoffen am Ende eines Produktlebenszyklus berücksichtigen. Aktuell wird in Deutschland überwiegend der Ansatz einer Linearwirtschaft verfolgt, besser bekannt als „Wegwerfgesellschaft“. Für die Erzeugung von Konsumgütern werden natürliche Ressourcen als Primärmaterialien eingesetzt. In der Regel werden die Konsumgüter nach einer kurzen Nutzungsphase entsorgt und die teilweise wiederverwendbaren Materialien und Bauteile nicht ausreichend weiter genutzt. Mit dem Konzept einer Kreislaufwirtschaft können solche Ressourcen in eine neue und damit längere Nutzungsphase überführt werden. Der Übergang von einer Linearwirtschaft hin zu einer modernen und nachhaltigen Kreislaufwirtschaft erfordert ein strukturiertes Vorgehen mit konkreten Maßnahmen. Eine mögliche Strategie zur Umsetzung einer zirkulären Wirtschaft stellt das Rahmenmodell der 10R's nach *Potting et al.* [1] dar (Bild 1). Die 10R's sind zehn Begriffe, welche für unterschiedliche Möglichkeiten zum zirkulären Wirtschaften stehen. Dabei werden die 10R's durch *Potting et al.* [1] nach dem Zirkuläritätsgrad in drei Gruppen eingeteilt.



**Fig. 1:** 10R strategies according to Potting et al. [1].

**Bild 1:** 10R-Strategien nach Potting et al. [1].

The first group includes the first three Rs, with strategies such as “Refuse”, “Rethink” and “Reduce” aiming at an optimized manufacture and use of products. The second group focuses on product and component life cycle extension strategies, namely “Reuse”, “Repair”, “Refurbish”, “Remanufacture” and “Repurpose”. The strategies “Recycling” and “Recover” are ascribed to Group 3 (lowest degree of circularity), setting the objective of a sensible and efficient use of existing materials. [1]

Especially for the implementation of measures from the second group, it is essential to have comprehensive knowledge of the material properties. In remanufacturing, existing materials and components are reused in new products with the same function. Repurposing on the other hand, aims at the reuse of a material or component in a new product with a new function. In this ap-

Die erste Gruppe umfasst die ersten drei R's. Strategien wie „Refuse“, „Rethink“ und „Reduce“ haben das Ziel, einer optimierten Herstellung und Nutzen von Produkten. Die zweite Gruppe legt den Fokus auf die Verlängerung der Lebensdauer von Produkten und deren Komponenten. Hierzu zählen die Strategien „Reuse“, „Repair“, „Refurbish“, „Remanufacture“ und „Repurpose“. Die Strategien „Recycling“ und „Recover“ werden Gruppe 3 (unterster Zirkuläritätsgrad) zugeordnet. Diese setzen eine sinnvolle und ergiebige Nutzung von bestehenden Materialien als Ziel voraus. [1]

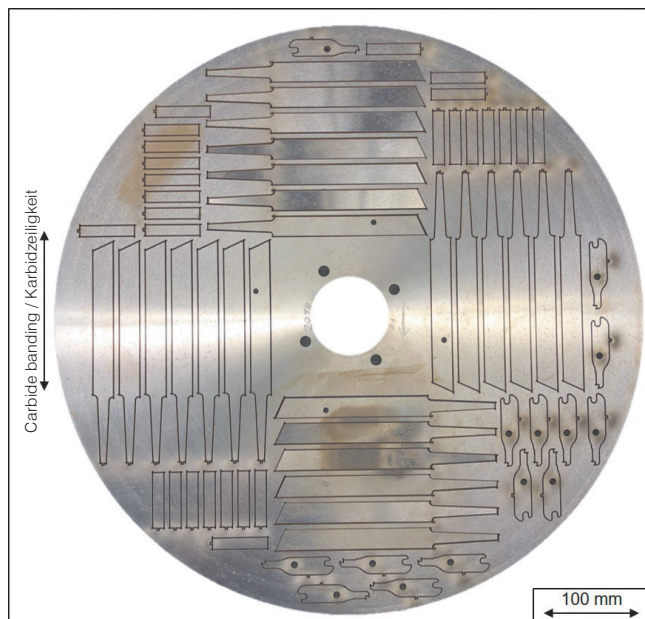
Besonders bei der Umsetzung der Maßnahmen aus Gruppe zwei ist es erforderlich, die genauen Materialeigenschaften zu kennen. Im Zuge des Remanufacturing werden bestehende Materialien und Komponenten in neuen Produkten mit gleicher Funktion wiederverwendet. Das Repurposing hingegen ist eine Maßnahme, bei der Materialien oder Komponenten für Produkte verwendet werden, deren

proach, it is vital to have knowledge of the material properties and microstructural characteristics, enabling the new products to fulfil their new functions in the best way possible. [1]

This paper will focus in detail on a repurposing approach in the metalworking industry, with emphasis being on the reuse of a high-alloy circular machine knife (Fig. 2). The hygienic paper industry uses circular machine knives made of ledeburitic cold work steel X155CrVMo12-1 (1.2379) which lose their function due to wear and are disposed of after a short life cycle. At this point, the worn circular machine knives have a weight of approx. 6 kg and a diameter of approx. 500 mm. Using separating manufacturing processes such as laser cutting or water jet cutting, blanks for woodturning tools and hand tools are cut from the circular knives. Energy-intensive manufacturing processes such as remelting or further heat treatment necessary in the production of

Funktion sich ändert. Gerade bei diesem Vorhaben ist es wichtig, die Materialeigenschaften und die Gefügecharakteristika zu kennen, so dass die neuen Produkte die geänderte Funktion bestmöglich erfüllen können. [1]

Im Rahmen der hier vorgestellten Arbeit wird ein Repurpose-Ansatz in der metallverarbeitenden Industrie im Detail betrachtet. Es geht dabei um die Wiederverwendung eines hochlegierten Maschinenkreismessers (Bild 2). In der Hygienepapierindustrie werden Maschinenkreismesser aus ledeburitischen Kaltarbeitsstahl X155CrVMo12-1 (1.2379) eingesetzt, die nach einer kurzen Nutzungsphase verschleißbedingt ihre Funktionalität verlieren und entsorgt werden. Die verschlissenen Maschinenkreismesser haben nach der Nutzungsphase ein Gewicht von ca. 6 kg und einen Durchmesser von ca. 500 mm. Mittels trennender Fertigungsverfahren, wie Laser- oder Wasserstrahlschneiden, werden Rohlinge für Drechselwerkzeuge und Handwerkszeuge aus den Kreismessern entnommen. Damit entfallen energieintensive



**Fig. 2:** Circular machine knife made of the ledeburitic cold work steel X155CrVMo12-1 (1.2379).

**Bild 2:** Maschinenkreismesser aus ledeburitischen Kaltarbeitsstahl X155CrVMo12-1 (1.2379).

conventional turning chisels and hand tools, respectively, are no longer required.

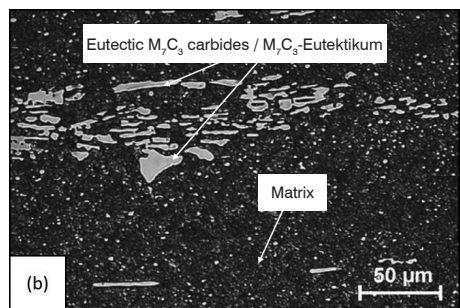
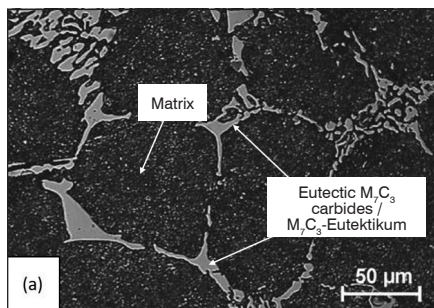
In the production of the high-alloy tool steel X155CrVMo12-1 (1.2379) by melting metallurgy, a ledeburitic cast microstructure is formed, consisting primarily of austenite and eutectic  $M_7C_3$  carbides (Fig. 3a) [3]. As a result of the rolling process, the carbide network is broken down (Fig. 3b) and oriented along the rolling direction [3]. This so-called carbide banding then results in an anisotropic microstructural evolution and directional material properties. Depending on how the blanks are cut from the circular machine knives for repurposing, the carbides are found parallel, perpendicular or transverse to the cutting edges of the chisels (Fig. 4). To ensure a service life as long as possible and improved toughness of the woodturning tools under bending stresses experienced during use, it is reasonable to cut the blanks from the circular knives in such a way that the carbides are oriented perpendicular to the cutting edge.

Metalworking businesses rarely have a fully equipped metallography laboratory, mak-

Fertigungsprozesse wie dem Umschmelzen oder einer erneuten Wärmebehandlung, die bei der Herstellung der konventionellen Drechselbeitel bzw. Handwerkzeuge anfallen würde.

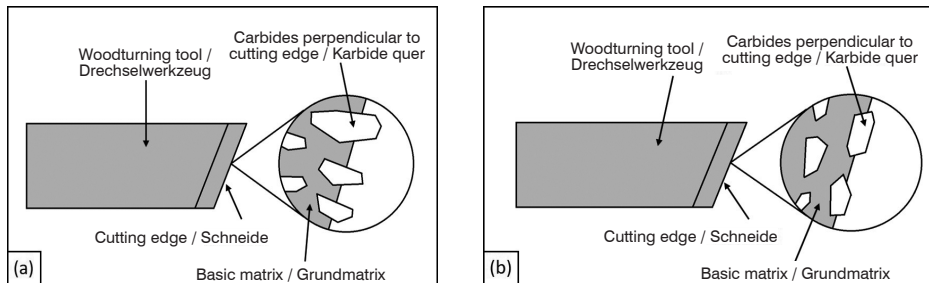
Bei der schmelzmetallurgischen Herstellung des hochlegierten Werkzeugstahls X155CrVMo12-1 (1.2379) bildet ein ledeburitisches Gussgefüge aus, welches primär aus Austenit und  $M_7C_3$ -Eutektikum besteht (Bild 3a) [3]. Durch Walzen des Stahls wird das Karbidnetz aufgebrochen (Bild 3b) und entlang der Walzrichtung ausgerichtet [3]. Diese Karbidzeiligkeit bewirkt eine anisotrope Gefügeausbildung und somit richtungsabhängige Materialeigenschaften. Je nachdem wie die Rohlinge für das Repurposing aus den Maschinenkreismessern entnommen werden, liegen Karbide längs, quer oder schräg in der Schneide der Drechselbeitel vor (Bild 4). Um eine möglichst lange Standzeit und bessere Zähigkeit für die in der Anwendung herrschende Biegebeanspruchung der Drechselwerkzeuge zu gewährleisten, ist es zweckmäßig, die Entnahme der Rohlinge aus den Kreismessern so zu gestalten, dass die Karbidausrichtung quer zur Schneide verläuft.

Metallverarbeitende Betriebe verfügen in den seltensten Fällen über ein ausgestattetetes Me-



**Fig. 3a and b:** Scanning electron microscopic image of X155CrVMo12-1 (1.2379) a) Cast microstructure consisting of a metallic matrix and eutectic  $M_7C_3$  carbides b) Cast structure with broken-up eutectic  $M_7C_3$  carbides due to rolling [3].

**Bild 3a und b:** Rasterelektronenmikroskopische Gefügeaufnahmen eines X155CrVMo12-1 (1.2379) a) Gussgefüge bestehend aus einer metallischen Matrix und  $M_7C_3$ -Eutektikum b) umgeformtes Gussgefüge mit aufgebrochenem  $M_7C_3$ -Eutektikum [3].



**Fig. 4a and b:** Schematic of woodturning tools with different carbide orientations. a) The carbides embedded in the matrix are oriented perpendicular to the cutting edge. b) The carbide bands are oriented parallel to the cutting edge.

**Bild 4a und b:** Schematische Darstellung der Drechselwerkzeuge mit unterschiedlichen Karbidausrichtungen. a) Die Karbide liegen quer zur Schneide in der Matrix eingebettet. b) stellt die Karbidzeiligkeit längs zur Schneide dar.

ing it impossible to study the microstructure or carbide banding based on a metallographic section. In addition, cutting a sample for metallographic examination from a component would affect its reusability and further use in a repurposed product. This is why an easy and quick, but also cost-effective quality assurance method is required, which can also be applied to the repurposing of other steel grades with specific banded microstructures. This paper will present a method for the characterization of carbide banding via field metallography, involving surface treatment with minimum effort, etching and replication of the tool surface on cellulose acetate film. The film, containing a negative topographic image of the microstructure, shall then be examined under an upright incident light microscope to identify carbide orientations in the circular machine knife and in the blanks to be cut from it for the subsequent manufacture of woodturning tools.

tallographielabor, so dass die Bestimmung des Gefüges oder Karbidzeiligkeit durch einen metallographischen Schliff nicht möglich ist. Zudem kann nicht aus jedem Bauteil ein Probenstück für eine metallographische Untersuchung herausgetrennt werden, da sonst die Wiederverwendbarkeit bzw. weitere Funktionalität des Repurposing-Produkts beeinträchtigt wird. Somit wird eine einfache, schnelle aber auch kostengünstige Methode der Qualitätssicherung verlangt, welche auf andere Stähle mit spezifischen Gefügezeiligkeiten, die in einem Repurposing genutzt werden sollen, übertragen werden kann. Es wird im Rahmen dieses Beitrags ein solches Verfahren vorgestellt, welches die Bestimmung der Karbidzeiligkeit mittels ambulanter Metallographie ermöglicht. Das Ziel ist es, die Oberfläche mit minimalem Aufwand aufzubereiten, die präparierte Oberfläche zu ätzen und mittels Celluloseacetatfolie einen Abdruck der zu untersuchenden Werkzeugoberfläche zu entnehmen. Die Folie, die ein Negativ der Gefügestruktur darstellt, soll anschließend unter einem Auflichtmikroskop untersucht werden können, um so Aussagen über die Karbidausrichtung im Maschinenkreismesser und den daraus zu entnehmenden Rohlingen für die zu fertigenden Drechselwerkzeuge zu treffen.

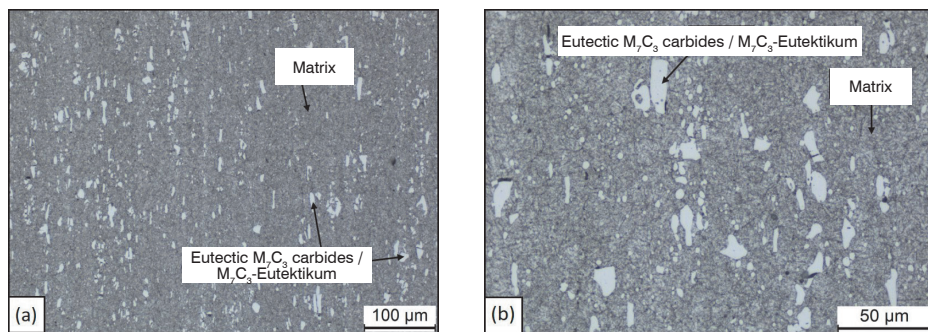


## 2 Experimental

The material used was a circular machine knife made of the ledeburitic cold work steel X155CrVMo12-1 (1.2379), hardened and in the field of secondary hardness maximum (Fig. 5). As can be clearly seen, the preferential orientation of the carbides is in the vertical direction. A chessboard pattern ( $4 \times 5$ ) was transferred to the circular knife using a scribe, resulting in 20 marked out test fields (Fig. 6). Within these 20 prepared test fields, different surface conditions were created by grinding and polishing and by using different etchants and etching times. The test fields contain untreated, ground and polished surfaces. SiC abrasive paper, P500 mesh (particle size  $30 \mu\text{m}$ ) and P1500 mesh (particle size  $10 \mu\text{m}$ ), was used for grinding. Polishing was performed using  $6 \mu\text{m}$  and  $1 \mu\text{m}$  diamond suspension. The etchants used were  $\text{V}_2\text{A}$  etchant and nitric acid ( $\text{HNO}_3$ ), each applied for 2 and 7 min,

## 2 Versuchsdurchführung

Verwendet wurde ein Maschinenkreismesser aus ledeburitischen Kaltarbeitsstahl X155CrVMo12-1 (1.2379). Das Material lag im gehärteten und im Sekundärhärtemaximum angelassen Zustand vor (Bild 5). Zu erkennen ist die vertikal verlaufende Vorzugsrichtung der Karbide. Auf dem Kreismesser wurde mit einer Anreißnadel ein Schachbrettmuster ( $4 \times 5$ ) aufgebracht, so dass 20 abgegrenzte Messflächen vorlagen (Bild 6). Innerhalb der 20 vorbereiteten Messflächen wurden durch Schleifen und Polieren, sowie durch Variation des Ätzmittels und der Ätzzeiten, unterschiedliche Oberflächenbeschaffenheiten erzeugt. Unterschieden wurde in unbehandelte, geschliffene und polierte Oberflächen. Geschliffen wurde mit SiC-Schleifpapier der Mesh-Körnung P500 (Körnung  $30 \mu\text{m}$ ) sowie P1500 Mesh (Körnung  $10 \mu\text{m}$ ). Poliert wurde mit  $6 \mu\text{m}$  und  $1 \mu\text{m}$  Diamantsuspension. Als Ätzmittel dienten  $\text{V}_2\text{A}$ -Beize und Salpetersäure ( $\text{HNO}_3$ ), welche je-



**Fig. 5a and b:** Light-microscopic images of the ledeburitic cold work steel X155CrVMo12-1 (1.2379) used in this study, hardened and tempered within the range of the secondary hardness maximum. a)  $200\times$  magnification, etched with 3% Nital at room temperature. Vertically oriented carbide bands are observable. Besides the tempered martensitic matrix, eutectic carbides, primarily of the type  $\text{M}_7\text{C}_3$ , are present. b)  $500\times$  magnification, etched with 3% Nital at room temperature. The fine globular  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  carbides are clearly visible.

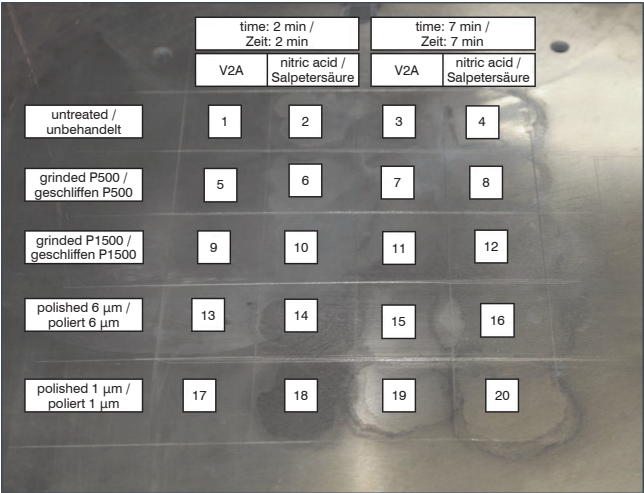
**Bild 5a und b:** Lichtmikroskopische Gefügeaufnahmen des verwendeten ledeburitischen Kaltarbeitsstahls X155CrVMo12-1 (1.2379) gehärtet und im Sekundärhärtemaximum angelassen. a)  $200$ -fache Vergrößerung, geätzt mit Nital 3% bei Raumtemperatur. Zu erkennen ist die vertikale Zeiligkeit der Karbid- ausrichtung. Neben der angelassenen martensitischen Matrix sind eutektische Karbide, vorzugsweise vom Typ  $\text{M}_7\text{C}_3$  vorhanden. b)  $500$ -fache Vergrößerung, geätzt mit Nital 3% bei Raumtemperatur. Die feinen globularen  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ -Karbide sind deutlich zu erkennen.



| Mesh (U.S) | µm  |
|------------|-----|
| 80         | 177 |
| 320        | 44  |
| 500        | 30  |
| 1000       | 15  |
| 1500       | 10  |

**Table 1:** Conversion from US mesh into µm particle size. The conversion from mesh size into µm can be calculated with sufficient accuracy using the following formula: value in [µm] = 14900/value in [Mesh].

**Tabelle 1:** Umrechnung der US Mesh-Körnung in µm. Die Umrechnung von Mesh in µm kann hinreichend mit der Formel: Wert in [µm] = 14900/Wert in [Mesh] ermittelt werden.



**Fig. 6:** The 4 × 5 chessboard pattern on the circular knife with test fields for untreated, ground and polished surfaces. V2A etchant and nitric acid (HNO<sub>3</sub>) were also used with different etching times of 2 and 7 min.

**Bild 6:** Darstellung des 4 × 5 Schachbrettmusters auf dem Kreismesser. Es wurde zwischen unbehandelter, geschliffener und polierter Oberfläche unterschieden. Zudem wurden V2A-Beize und Salpetersäure (HNO<sub>3</sub>) mit unterschiedlichen Einwirkzeiten von 2 min und 7 min verwendet.

respectively. The etching parameters are given in Table 2.

In order to achieve the final qualities of the test surfaces, the following preparation steps were performed and stopped once the desired condition was achieved: manual grinding using SiC abrasive paper, mesh particle sizes P80, P320, P500, P1000 and P1500 for 1 min each. Table 1 shows the conversion from SiC abrasive paper mesh size into particle size in µm. The test fields 13-20 subsequently underwent local polishing using a conic polishing attachment and diamond suspension with particle sizes of 6 µm, 3 µm and 1 µm for 2 min each. Be-

weils für 2 min und 7 min aufgetragen wurden. Die verwendeten Parameter sind in Tabelle 2 aufgelistet.

Um die finalen Oberflächenbeschaffenheiten der Versuchsoberflächen zu erreichen, wurden folgende Präparationsschritte durchgeführt und bei dem gewünschten Bearbeitungszustand abgebrochen. Es wurde händisch für 1 min mit SiC-Schleifpapier mit P80, P320, P500, P1000 und P1500 Mesh-Körnung geschliffen. In Tabelle 1 ist die Umrechnung auf die Partikelgröße der Abrasivkörner des SiC-Schleifpapiers in µm aufgetragen. Die Versuchsfelder 13-20 wurden anschließend durch ein lokal begrenztes Polieren mit einem Polierfinger und Diamantensuspension der Ab-

tween each grinding and polishing step, the treated surfaces were cleaned with ethanol.

The etchants used were nitric acid (70%,  $\text{HNO}_3$ ) and V<sub>2</sub>A etchant (200 ml distilled water, 200 ml HCl (32%), 20 ml  $\text{HNO}_3$  (65%) and 0.6 ml Vogel's special reagent) (Table 2). For the local etching of the prepared surfaces, cot-

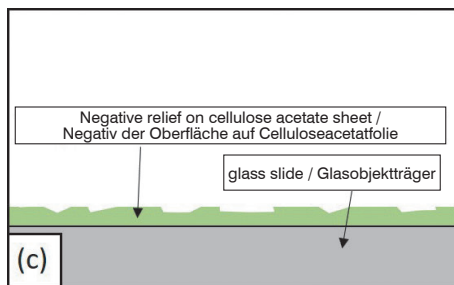
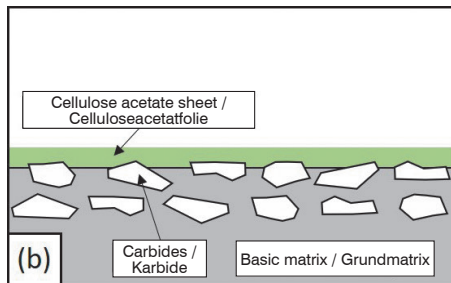
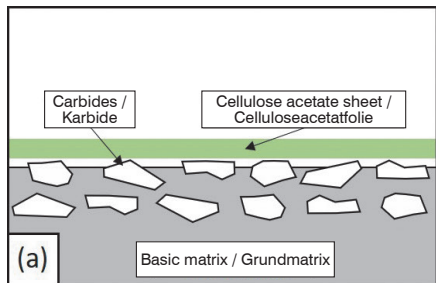
rasivgröße von 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  und 1  $\mu\text{m}$  für jeweils 2 min. bearbeitet. Zwischen jedem Schleif- und Polierschritt wurde die behandelte Fläche mit Ethanol gereinigt.

Als Ätzmittel fanden Salpetersäure (70%,  $\text{HNO}_3$ ) und V<sub>2</sub>A-Beize (200 ml destilliertes Wasser, 200 ml HCl (32%), 20 ml  $\text{HNO}_3$  (65%) und 0,6 ml Vogels Sparbeize) Anwendung (Tabelle 2). Für das lokale Ätzen der präparierten Flä-

| Test field /<br>Versuchsfeld | Condition /<br>Behandlungsstand | Etchant /<br>Ätzmittel      | Etching time /<br>Ätzdauer |
|------------------------------|---------------------------------|-----------------------------|----------------------------|
| 1                            | Untreated / unbehandelt         | V2A etchant / V2A Beize     | 2 min                      |
| 2                            | Untreated / unbehandelt         | Nitric acid / Salpetersäure | 2 min                      |
| 3                            | Untreated / unbehandelt         | V2A etchant / V2A Beize     | 7 min                      |
| 4                            | Untreated / unbehandelt         | Nitric acid / Salpetersäure | 7 min                      |
| 5                            | P500                            | V2A etchant / V2A Beize     | 2 min                      |
| 6                            | P500                            | Nitric acid / Salpetersäure | 2 min                      |
| 7                            | P500                            | V2A etchant / V2A Beize     | 7 min                      |
| 8                            | P500                            | Nitric acid / Salpetersäure | 7 min                      |
| 9                            | P1500                           | V2A etchant / V2A Beize     | 2 min                      |
| 10                           | P1500                           | Nitric acid / Salpetersäure | 2 min                      |
| 11                           | P1500                           | V2A etchant / V2A Beize     | 7 min                      |
| 12                           | P1500                           | Nitric acid / Salpetersäure | 7 min                      |
| 13                           | 6 $\mu\text{m}$                 | V2A etchant / V2A Beize     | 2 min                      |
| 14                           | 6 $\mu\text{m}$                 | Nitric acid / Salpetersäure | 2 min                      |
| 15                           | 6 $\mu\text{m}$                 | V2A etchant / V2A Beize     | 7 min                      |
| 16                           | 6 $\mu\text{m}$                 | Nitric acid / Salpetersäure | 7 min                      |
| 17                           | 1 $\mu\text{m}$                 | V2A etchant / V2A Beize     | 2 min                      |
| 17                           | 1 $\mu\text{m}$                 | Nitric acid / Salpetersäure | 2 min                      |
| 19                           | 1 $\mu\text{m}$                 | V2A etchant / V2A Beize     | 7 min                      |
| 20                           | 1 $\mu\text{m}$                 | Nitric acid / Salpetersäure | 7 min                      |

**Table 2:** Table showing the individual test fields, the prepared surface conditions and the etchants and etching times used.

**Tabelle 2:** Auflistung der einzelnen Versuchsfelder mit der präparierten Oberflächenbeschaffenheit, dem verwendeten Ätzmittel und der angewendeten Ätzdauer.



**Fig. 7a to c:** Schematic of cellulose acetate film application onto the surface to be analyzed. a) Application of the cellulose acetate sheet pre-wetted with acetone onto the test surface b) Dried cellulose acetate sheet and duplication of the surface c) Removal and application onto the glass slide, with the negative relief facing upwards.

**Bild 7a bis c:** Schematische Darstellung des Applizieren der Celluloseacetatfolie auf die zu untersuchende Oberfläche. a) Auflage der mit Aceton benetzten Celluloseacetatfolie auf die

Prüfoberfläche b) getrocknete Celluloseacetatfolie mit Übertrag der Oberflächenbeschaffenheit c) Entnahme und Aufbringen auf den Glasobjektträger mit negativen Oberflächenabdruck nach oben zeigend.

ton wool was soaked in the respective etchant and then placed on the corresponding test fields for 2 min and 7 min, respectively. In the following step, all surfaces were cleaned with ethanol. To create a negative replica of the prepared material surface, a sheet of cellulose acetate film of 35 µm thickness was wetted with acetone for 1 s and then applied onto the prepared sample's surface. Once the acetone had evaporated and the acetate sheet had dried, it was stripped from the surface with the help of tweezers and placed on a glass slide, with the negative relief facing upwards (see Fig. 7). The acetate sheet was attached onto the left and right edges of the slide using adhesive tape. Carbide banding was characterized using acetate film replication followed by light optical microscopic examination under the Leica DM2700 M upright microscope operated in bright field mode.

A transverse section of a test piece cut from the circular machine knife using a precision

chen wurde Watte mit der entsprechenden Säure getränkt und diese anschließend für 2 min bzw. 7 min auf die Versuchsflächen gelegt. Im Anschluss wurden alle Flächen mit Ethanol gereinigt. Um einen Negativabdruck der präparierten Werkstoffoberfläche abzunehmen, wurde eine 35 µm dicke Celluloseacetatfolie für 1 s in Aceton gehalten und anschließend auf die vorbereitete Oberfläche gelegt. Nachdem das Aceton verdampft und die Acetatfolie getrocknet ist, wurde diese mit Hilfe einer Pinzette von der Oberfläche entfernt und mit der negativen Abdruckseite nach oben zeigend auf den Glasobjektträger gelegt (vgl. Bild 7). Zum Fixieren der Acetatfolie wurden zwei Klebestreifen am linken und rechten Rand angebracht. Die Charakterisierung der Karbidzeitigkeit anhand der Acetatfolie erfolgte mittels der Auflichtmikroskopie unter Verwendung des Lichtmikroskops Leica DM2700 M im Hellfeldmodus.

Als Referenz wurde mit einer gewöhnlichen Vorgehensweise zur Erstellung von metall-

cut-off saw was metallographically prepared as a reference. According to conventional metallographic sample preparation, the steps included grinding (P80, P320, P500, P1000 and P1500 mesh) and polishing (6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  and 1  $\mu\text{m}$ ) as well as etching with 3 % Nital at room temperature for 10 s to reveal the microstructure for microscopic characterization using the Leica DM2700 M upright microscope in bright field mode.

### 3 Results and discussion

Fig. 8 to Fig. 12 are light-microscopic images of specific surface conditions. Each figure shows four surface conditions a-d corresponding to a particular test field according to Table 2.

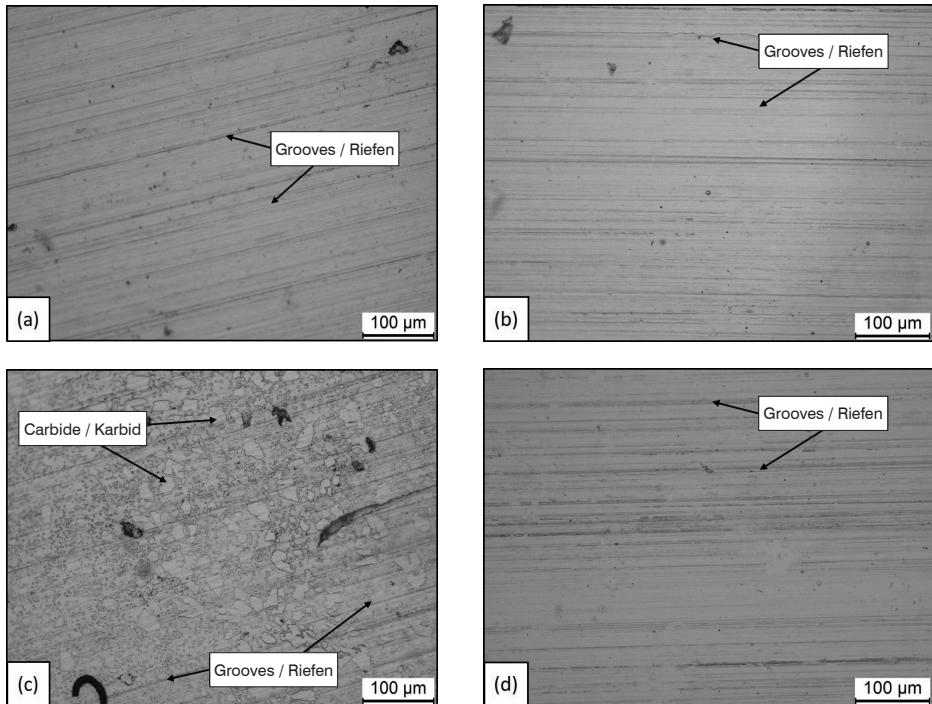
Fig. 8 shows the replicas of the untreated surfaces. Fig. 8a, b and d exhibit clearly visible grooves on the untreated surface of the circular machine knife. These grooves are due to the manufacturing process and later use of the circular machine knife. In Fig. 8c (unground surface,  $\text{V}_2\text{A}$  etchant for 7 min) slightly outlined carbides are already observable besides these grooves. For the characterization of carbide banding in the circular knife, etching of the untreated surface alone is insufficient. A similar effect is observed in the surface ground with P500 mesh (SiC particle size 30  $\mu\text{m}$ ). In Fig. 9a, b and d, the grooves caused by manufacturing and later use have disappeared. However, scratches left from metallographic grinding are visible. Likewise, a single grinding step using P500 mesh and subsequent etching were ineffective in producing surfaces from which an acetate film replica with clearly visible carbide orientations could be obtained. Only when contrasted by using  $\text{V}_2\text{A}$  etchant for 7 minutes could the metallic matrix be removed sufficiently, resulting in an improved duplication of the microstructure on the acetate film. Despite the improved reproduction quality of the carbides,

kundlichen Gefügequerschliffen eine Probe aus dem Maschinenkreismesser mittels einer Feintrennsäge entnommen, durch Schleifen (P80, P320, P500, P1000 und P1500 Mesh) und Polieren (6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  und 1  $\mu\text{m}$ ) metallographisch aufbereitet und das durch Nital 3 % bei Raumtemperatur für 10 s kontrastierte Gefüge mit Hilfe eines Auflichtmikroskops vom Typ DM2700 M der Fa. Leica im Hellfeldmodus charakterisiert.

### 3 Ergebnisse und Diskussion

In Bild 8 bis Bild 12 sind lichtmikroskopische Aufnahmen der jeweiligen Oberflächenzustände abgebildet. Jede Bild enthält vier Oberflächenbeschaffenheiten a-d welche einem bestimmten Versuchsfeld nach Tabelle 2 zugeordnet wurden.

In Bild 8 sind die Abdrücke der unbehandelten Oberfläche dargestellt. Deutlich zu sehen sind in Bild 8a, b und d Riefen der unbehandelten Oberfläche des Maschinenkreismessers. Diese Riefen sind auf den Herstellungsprozess und der späteren Nutzung der Maschinenkreismesser zurück zu führen. Lediglich in Bild 8c (ungeschliffen,  $\text{V}_2\text{A}$ -Beize für 7 min) sind neben den Riefen bereits leichte Konturen der Karbide zu erkennen. Um die Karbidzeitigkeit des Kreismessers zu charakterisieren, reicht die unbehandelte Oberflächenbeschaffenheit durch alleiniges Ätzen nicht aus. Ähnliches Verhalten kann bei der mit P500 Mesh (SiC-Partikelgröße 30  $\mu\text{m}$ ) geschliffenen Oberfläche beobachtet werden. In Bild 9a, b und d sind die durch Fertigung und Nutzung bedingten Riefen verschwunden. Wegen der Schleifbehandlung sind Schleifriefen entstanden. Ebenso lassen sich durch einen Schleifprozess mit P500 Mesh keine Oberflächen erzeugen, die durch anschließendes Ätzen eine eindeutige Ausrichtung der Karbide im Abdruck der Acetatfolie erkennen lassen. Lediglich durch ein 7-minütiges Kontrastieren mit  $\text{V}_2\text{A}$ -Beize konnte die Metallmatrix soweit abgetragen werden, dass eine verbesserte Darstellung des Gefüges auf der Acetatfolie erzeugt werden konnte. Trotz der



**Fig. 8a to d:** Light-microscopic images of the untreated surfaces replicated on cellulose acetate film at 200× magnification. Grooves due to the manufacture and later use as well as partially outlined carbides are visible. a) Surface replica, test field 1 – etched with  $V_2A$  etchant for 2 min b) Surface replica, test field 2 – etched with nitric acid for 2 min c) Surface replica, test field 3 – etched with  $V_2A$  etchant for 7 min d) Surface replica, test field 4 – etched with nitric acid for 7 min.

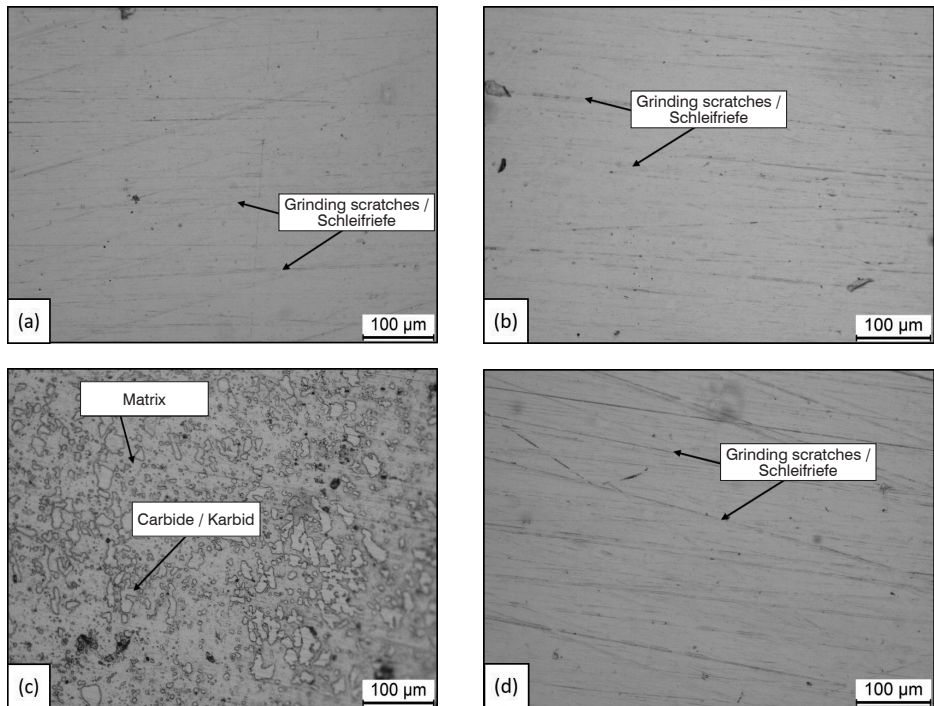
**Bild 8a bis d:** Lichtmikroskopische Aufnahmen der Celluloseacetatfolien mit 200-facher Vergrößerung der unbehandelten Oberflächen. Zu sehen sind durch Fertigung und Nutzung hervorgerufene Riefen und teilweise Karbidumrisse. a) Abdruck Versuchsfeld 1 – Geätzt mit  $V_2A$ -Beize für 2 min b) Abdruck Versuchsfeld 2 – Geätzt mit Salpetersäure für 2 min c) Abdruck Versuchsfeld 3 – Geätzt mit  $V_2A$ -Beize für 7 min d) Abdruck Versuchsfeld 4 – Geätzt mit Salpetersäure für 7 min.

it is impossible to obtain replicas with a suitable information depth from surfaces ground with P500 mesh and etched with  $V_2A$  etchant (see Fig. 9c).

This chapter will discuss replicas of the surface ground with P1500 mesh (10 µm) and etched. The surface ground with SiC abrasive paper, grit size 10 µm (P1500 mesh), and contrasted by using  $V_2A$  etchant for 2 min

besseren Herausarbeitung der Karbide, lassen sich an den mit P500 Mesh geschliffenen und mit  $V_2A$ -Beize geätzten Oberflächen keine verlässlichen Abdrücke mit entsprechender Informationstiefe erstellen (s. Bild 9c).

Nachfolgend sollen die Abdrücke einer mit P1500 Mesh (10 µm) behandelten und geätzten Oberfläche erläutert werden. Durch das Schleifen mit SiC-Schleifpapier der Körnung 10 µm (P1500 Mesh) kann durch kontrastieren



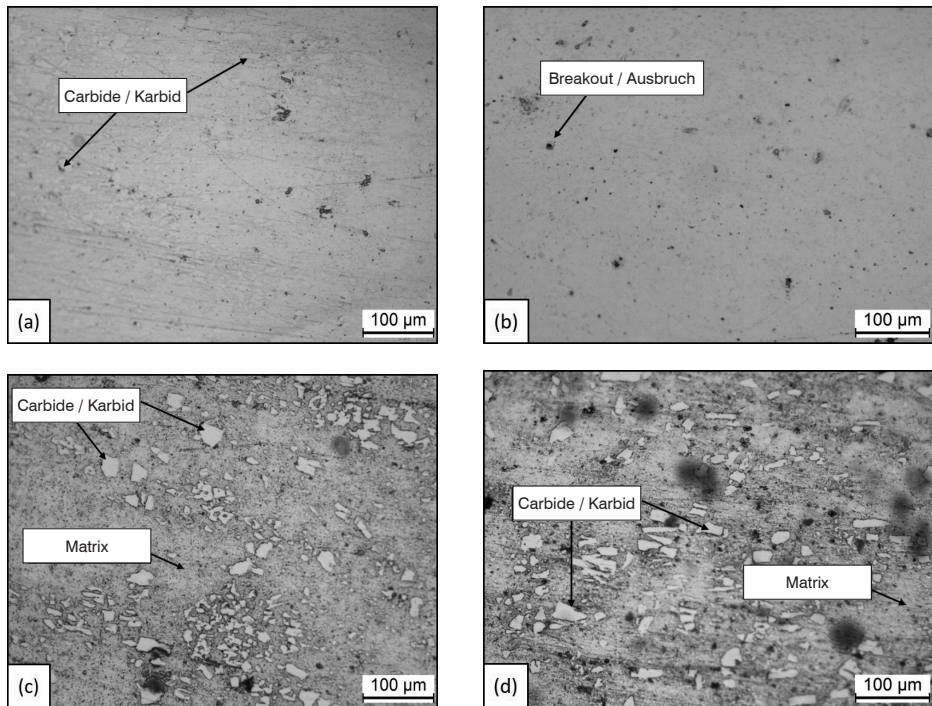
**Fig. 9a to d:** Light-microscopic images of the surfaces ground with SiC abrasive paper, P500 mesh (30 µm) replicated on cellulose acetate film at 200× magnification. Grinding scratches and outlined carbides are visible. a) Test field 5 – etched with  $V_2A$  etchant for 2 min b) Test field 6 – etched with nitric acid for 2 min c) Test field 7 – etched with  $V_2A$  etchant for 7 min d) Test field 8 – etched with nitric acid for 7 min.

**Bild 9a bis d:** Lichtmikroskopische Aufnahmen der Celluloseacetatfolien mit 200-facher Vergrößerung der mit SiC-Papier P500 Mesh (30 µm) geschliffenen Oberflächen. Zu sehen sind Schleifriefen und Karbidumrisse. a) Versuchsfeld 5 – Geätzt mit  $V_2A$ -Beize für 2 min b) Versuchsfeld 6 – Geätzt mit Salpetersäure für 2 min c) Versuchsfeld 7 – Geätzt mit  $V_2A$ -Beize für 7 min d) Versuchsfeld 8 – Geätzt mit Salpetersäure für 7 min.

(Fig. 10a) and 7 min (Fig. 10c) and  $HNO_3$  for 7 min (Fig. 10d) was to some extent suitable for the application of cellulose acetate film. The contrast produced by etching with  $V_2A$  etchant for 2 min (Fig. 10a) alone is too weak and the carbides are barely visible as a result. The surface etched with  $HNO_3$  for 2 min (Fig. 10b) creates no visible impression on the cellulose acetate film. Moreover, neither grinding marks nor first signs of carbide outlines can be observed. The result with the

mit  $V_2A$ -Beize für 2 min (Bild 10a) und 7 min (Bild 10c) sowie durch kontrastieren mit  $HNO_3$  für 7 min (Bild 10d) das Gefüge teilweise für die Nutzung der Celluloseacetatfolie präpariert werden. Dabei liefert die Ätzung mit  $V_2A$ -Beize für 2 min (Bild 10a) einen zu geringen Kontrast. Hier sind die Konturen der Karbide nur zu erahnen. Die Ätzung mit  $HNO_3$  für 2 min (Bild 10b) hinterlässt keinen erkennbaren Abdruck auf der Celluloseacetatfolie. Es sind weder Schleifriefen noch Ansätze von Karbidumrissen zu er-





**Fig. 10a to d:** Light-microscopic images of the surfaces ground with SiC abrasive paper, P1500 mesh (10 µm) replicated on cellulose acetate film at 200× magnification. Carbides and preparation errors such as breakouts are observable. a) Test field 9 – etched with  $V_2A$  etchant for 2 min b) Test field 10 – etched with nitric acid for 2 min c) Test field 11 – etched with  $V_2A$  etchant for 7 min d) Test field 12 – etched with nitric acid for 7 min.

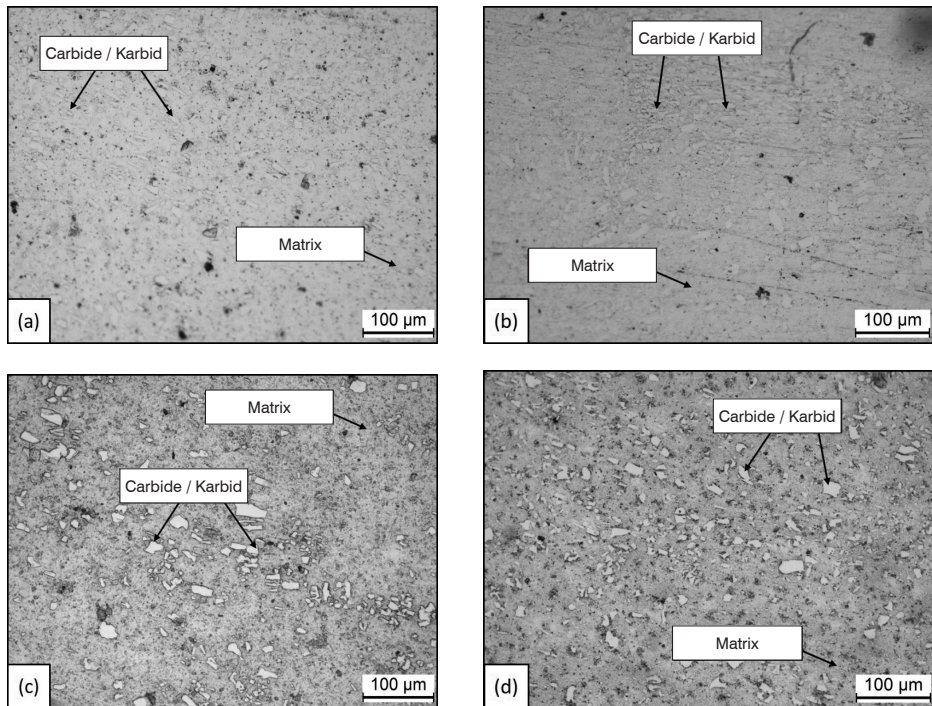
**Bild 10a bis d:** Lichtmikroskopische Aufnahmen der Celluloseacetatfolien mit 200-facher Vergrößerung der mit SiC-Papier P1500 Mesh (10 µm) geschliffenen Oberflächen. Zu sehen sind Karbide und Präparationsfehler wie Ausbrüche zu sehen. a) Versuchsfeld 9 – Geätzt mit  $V_2A$ -Beize für 2 min b) Versuchsfeld 10 – Geätzt mit Salpetersäure für 2 min c) Versuchsfeld 11 – Geätzt mit  $V_2A$ -Beize für 7 min d) Versuchsfeld 12 – Geätzt mit Salpetersäure für 7 min.

highest information depth is achieved when the surface is ground with P1500 mesh abrasive paper and contrasted by using  $V_2A$  etchant (Fig. 10c) and  $HNO_3$  (Fig. 10d) for 7 min. The microstructure of the circular machine knife is impressed onto the cellulose acetate sheet sufficiently well to be examined by light optical microscopy.

Polishing of the test surfaces using diamond suspension with an abrasive particle size of

kennen. Das Ergebnis mit der höchsten informationstiefe der mit P1500 Mesh präparierten Oberfläche ergab sich bei der Kontrastierung für 7 min mit  $V_2A$ -Beize (Bild 10c) und  $HNO_3$  (Bild 10d). Das Gefüge der Maschinenkreismessers wurde hinreichend als negativ auf der Celluloseacetatfolie zur lichtmikroskopischen Untersuchung abgebildet.

Durch Polieren der Versuchsoberflächen mittels Diamantsuspension mit einer Abrasivpartikel-

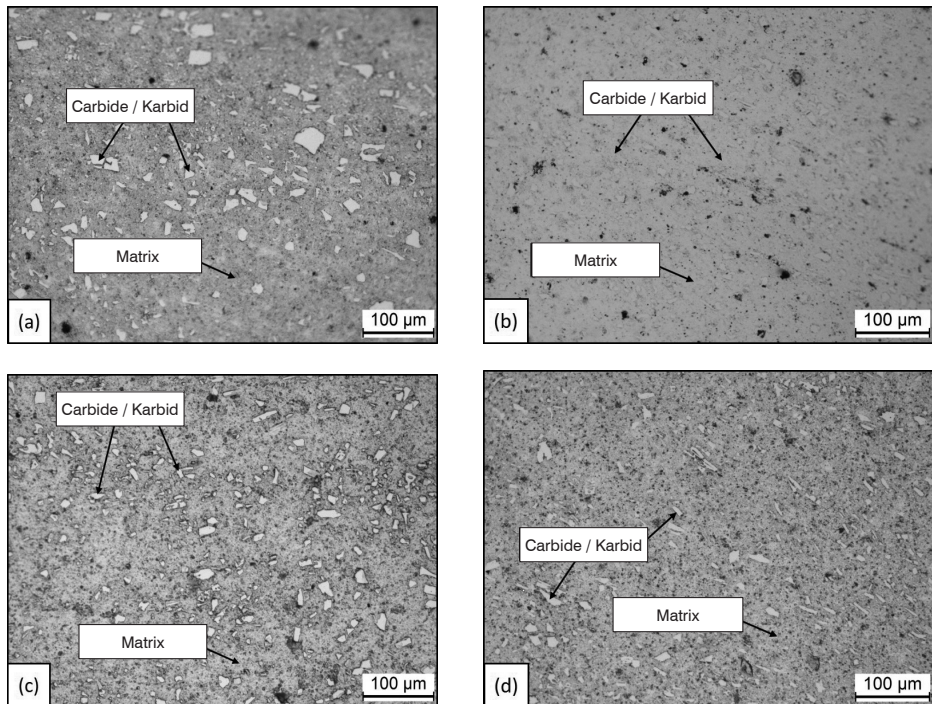


**Fig. 11a to d:** Light-microscopic images of the surfaces polished with 6 µm diamond suspension replicated on cellulose acetate film at 200× magnification. a) Test field 13 – etched with  $V_2A$  etchant for 2 min b) Test field 14 – etched with nitric acid for 2 min c) Test field 15 – etched with  $V_2A$  etchant for 7 min d) Test field 16 – etched with nitric acid for 7 min.

**Bild 11a bis d:** Lichtmikroskopische Aufnahmen der Celluloseacetatfolien mit 200-facher Vergrößerung der mit 6 µm Diamantsuspension polierten Oberflächen. a) Versuchsfeld 13 – Geätzt mit  $V_2A$ -Beize für 2 min b) Versuchsfeld 14 – Geätzt mit Salpetersäure für 2 min c) Versuchsfeld 15 – Geätzt mit  $V_2A$ -Beize für 7 min d) Versuchsfeld 16 – Geätzt mit Salpetersäure für 7 min.

6 µm can significantly enhance contrast and improve the duplication of microstructural constituents on the cellulose acetate film. All etching procedures, using either  $V_2A$  etchant for 2 min (Fig. 11a) and 7 min (Fig. 11c) or  $HNO_3$  for 2 min (Fig. 11b) and 7 min (Fig. 11d), are capable of revealing the microstructure. As can be clearly seen, an extended etching time (Fig. 11c and d) of 7 min will lead to more detailed visualization of microstructural features. In the replicas of

kelgröße von 6 µm, kann die Kontrastierung und der Übertrag der Gefügebestandteile auf die Celluloseacetatfolie deutlich verbessert werden. Bei allen Ätzungen, sowohl mit  $V_2A$ -Beize für 2 min (Bild 11a) und 7 min (Bild 11c) als auch mit  $HNO_3$  für 2 min (Bild 11b) und 7 min (Bild 11d) können die Gefüge sichtbar gemacht werden. Hierbei ist aber deutlich zu erkennen, dass eine verlängerte Ätzzeit (Bild 11c u. d) von 7 min zu aussagekräftigeren Gefügedarstellungen führt. Bei den Abdrücken



**Fig. 12a to d:** Light-microscopic images of the surfaces polished with 1 µm diamond suspension replicated on cellulose acetate film at 200× magnification. a) Test field 17 – etched with  $V_2A$  etchant for 2 min b) Test field 18 – etched with nitric acid for 2 min c) Test field 19 – etched with  $V_2A$  etchant for 7 min d) Test field 20 – etched with nitric acid for 7 min.

**Bild 12a bis d:** Lichtmikroskopische Aufnahmen der Celluloseacetatfolien mit 200-facher Vergrößerung der mit 1 µm Diamantsuspension polierten Oberflächen. a) Versuchsfeld 17 – Geätzt mit  $V_2A$ -Beize für 2 min b) Versuchsfeld 18 – Geätzt mit Salpetersäure für 2 min c) Versuchsfeld 19 – Geätzt mit  $V_2A$ -Beize für 7 min d) Versuchsfeld 20 – Geätzt mit Salpetersäure für 7 min.

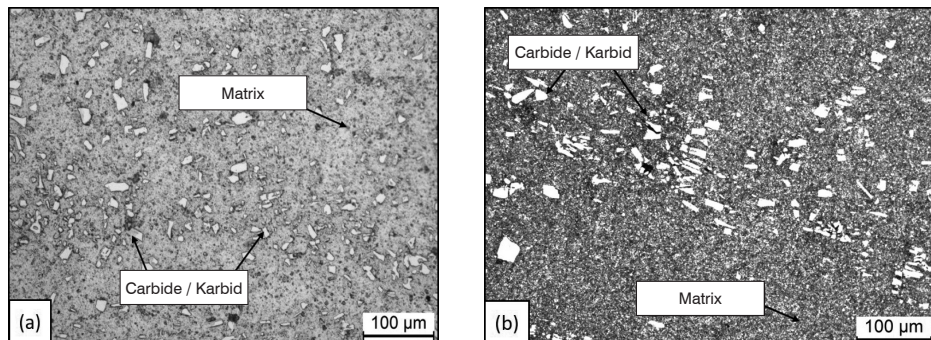
the surfaces etched for 2 min each (Fig. 11a and b), the contrast produced is insufficient for the characterization of carbide banding. Polishing of the surfaces down to 1 µm and subsequent etching for 7 min did not further improve the quality of the replica (Fig. 12c and d). Only the surface etched with  $V_2A$  etchant for 2 min was suited for the qualitative characterization of carbide banding (Fig. 12a).

Fig. 13 compares the light-microscopic image of the cellulose acetate film from

der jeweils für 2 min (Bild 11a u. b) geätzten Oberflächen, reicht der dargestellte Kontrast zur Bestimmung der Karbidzeitigkeit nicht aus. Bei den bis auf 1 µm polierten und 7 min geätzten Oberflächen hat sich die Qualität der Negativabdrücke auf der Celluloseacetatfolie nicht weiter verbessert (Bild 12c u. d). Lediglich bei der für 2 min, mittels  $V_2A$ -Beize, geätzten Oberfläche lässt sich nun ebenfalls die Karbidzeitigkeit qualitativ bestimmen (Bild 12a).

In Bild 13 wurde die lichtmikroskopische Aufnahme der Celluloseacetatfolie aus Bild 12c





**Fig. 13a and b:** Comparison of microstructural representations. a) Light-microscopic images of the cellulose acetate sheet and b) microsection prepared according to conventional metallographic sample preparation. The quality of both microstructural images is practically identical. The matrix and carbide orientations are clearly visible in both micrographs.

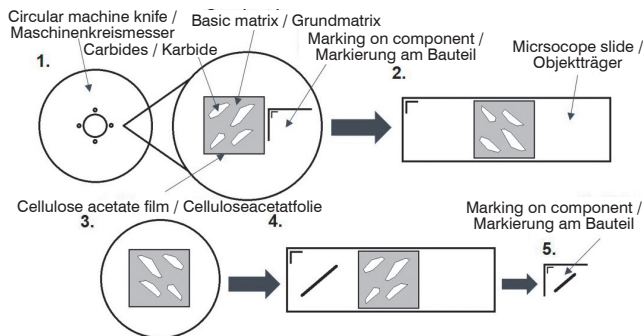
**Bild 13a und b:** Gegenüberstellung der Gefügedarstellungen von a) lichtmikroskopischen Aufnahmen der Celluloseacetatfolie und b) einem metallischen Schlibbild der klassischen Metallographie. Die Qualität der beiden Gefügedarstellungen sind nahezu identisch. Auf beiden Gefügebildern lassen sich Matrix und die Ausrichtung der Karbide deutlich erkennen.

Fig. 12c with a metallographic transverse section. Both the cellulose acetate film replica and the metallographic transverse section show comparable levels of accuracy in microstructural detail. Based on the experiments conducted and the results obtained, it is concluded that microstructure orientations can be detected via non-destructive field metallography.

In this chapter, the method for the determination of microstructural features will be outlined in more detail. A schematic of the working principle behind the characterization of carbide banding in the multi-phase ledeburitic cold work steel X155CrVMo12-1 (1.2379) via non-destructive field metallography is shown in Fig. 14. When grinding the surface with SiC abrasive paper, the microstructural constituents of the matrix, Cr-rich and V-rich hard phases such as  $M_7C_3$ ,  $M_{23}C_6$  as well as MC carbides are successively cut away. The removal of microstructural constituents is similar to the effects caused by

einem metallographischen Gefügequerschliff gegenübergestellt. Dabei konnte sowohl durch den Celluloseacetatfolienabdruck als auch durch einen metallographischen Gefügequerschliff eine vergleichbare Bildgenauigkeit der Gefügecharakteristika herausgearbeitet werden. Mit den durchgeführten Untersuchungen und den daraus resultierenden Ergebnissen ist darauf zu schließen, dass ein Nachweis von Gefügeausrichtungen mittels zerstörungsfreier ambulanter Metallographie möglich ist.

Im Weiteren soll das Verfahren zur Bestimmung der Gefügecharakteristika genauer erläutert werden. Die Funktionsweise des Verfahrens zur Bestimmung der Karbidzeitigkeit mittels zerstörungsfreier ambulanter Metallographie an dem mehrphasigen ledeburitischen Kaltarbeitsstahl X155CrVMo12-1 (1.2379) ist in Bild 14 schematisch dargestellt. Durch Schleifen der Oberfläche mit SiC-Schleifpapier werden die Gefügebestandteile Matrix, Cr- und V-reiche Hartphasen wie  $M_7C_3$ -,  $M_{23}C_6$ - und MC-Karbide sukzessive spanend abgetragen. Der Abtrag von Gefügebestandteilen erfolgt dabei ähnlich der Beanspruchung durch Furchenverschleiß. Durch



**Fig. 14:** Schematic of the process of characterizing carbide banding.

**Bild 14:** Schematische Darstellung des Identifikationsprozesses der Karbidzeiligkeit.

abrasive wear. By selecting SiC abrasive papers with higher or lower mesh sizes, the contact pressure between individual SiC particles can be either increased or reduced. A reduction in the contact pressure between abrasive particles when using of coarser abrasives will result in a higher rate of abrasive material removal and vice versa. In polishing, on the other hand, the process of material removal is analogous to three-body abrasion. Due to the existing hardness difference between the hardened and tempered matrix (approx. 5 GPa) and the hard phases (e. g.,  $\text{Cr}_7\text{C}_3 \sim 18\text{-}20 \text{ GPa}$ ), the diamond particles in the polishing suspension remove the metallic matrix at a higher rate than the hard phases. As a result, a characteristic topography will be obtained which can be enhanced by subsequent etching. Similar to polishing, this technique is also used to remove the basic matrix. Etching, however, is a chemical process, not a mechanical one where the less chemically resistant matrix is removed due to selective oxidation while the hard phases with higher chemical resistance are removed more slowly [4]. After sufficient removal of the metallic matrix material, the carbides slightly protrude from the surface. At the beginning of the replication process, the acetate sheet previously softened with acetone is placed on the surface (Fig. 7a). After the sheet has dried, it clings on to the carbides and the basic matrix and the existing topography differences of

die Wahl einer gröberen oder feineren Mesh-Körnung des SiC-Schleifpapiers, kann die Flächenpressung zwischen den einzelnen SiC-Partikeln erhöht oder reduziert werden. Die Verringerung der Flächenpressung zwischen den Abrasivpartikeln, durch eine gröbere Mesh-Körnung, bedingt einen größeren furchenden Materialabtrag und umgekehrt. Beim Polieren dagegen erfolgt der Materialabtrag analog zum abrasiven Korngleitverschleiß. Dabei tragen die Diamantpartikel, wegen dem bestehenden Härteunterschied zwischen der gehärteten angelassenen Matrix (ca. 5 GPa) und der Hartphasen (z. B.  $\text{Cr}_7\text{C}_3 \sim 18\text{-}20 \text{ GPa}$ ), in der Poliersuspension die Metallmatrix stärker ab als die Hartphasen. Es bildet sich eine charakteristische Topographie aus, die durch eine nachfolgende Ätzbehandlung verstärkt werden kann. Ähnlich dem Polieren wird durch das Ätzen die Grundmatrix abgetragen. Hierbei handelt es sich um einen chemischen und nicht um einen mechanischen Prozess. Durch den Oxidationsprozess wird die weniger chemisch resistente Matrix abgetragen wohin gegen die Hartphasen, mit ihrer höheren chemischen Beständigkeit, weniger abgetragen werden [4]. Nach einem ausreichend starken Abtrag der Metallmatrix stehen die Karbide leicht aus dieser heraus. Am Anfang des Abdruckes liegt die mit Aceton benetzte Acetatfolie auf der Oberfläche auf (Bild 7a). Durch Trocknen der Folie schmiegt diese sich entsprechend der vorliegenden Topographieunterschiede der Oberfläche an die Karbide und

the surface are duplicated on the film (Fig. 7b). This negative replica on the dried surface of the acetate sheet can then be analyzed under an upright incident light microscope.

The different test fields have shown that a specific a preparation procedure using P1500 mesh (10  $\mu\text{m}$ ) SiC abrasive paper is suitable for the determination of carbide banding. The grooves left by the manufacturing process and use of the circular machine knife can be sufficiently removed by grinding with suitable SiC abrasive paper as part of the preparation process. Etching for 7 min will remove enough material from the basic matrix so that the carbides protrude sufficiently from the surface and are capable of creating, together with the existing topography, a clearly visible impression on the cellulose acetate film. Even though polishing of the surfaces will result in the development of stronger relief effects, it is not essential for the replication of the present Cr-rich hard phases in a hardened and tempered basic matrix. However, the study of multi-phase microstructures with a smaller hardness difference in the participating phases may require an additional polishing step in order to achieve an adequate surface quality and topography.

To be able to use the method reliably on ledeburitic cold work steels, a schematic of the general procedure for the determination of carbide banding is shown in Fig. 14d. After grinding (P500 and P1500 mesh) and etching with  $\text{V}_2\text{A}$  etchant and  $\text{HNO}_3$  for 7 min respectively, the cellulose acetate sheet is applied onto the treated surface at a suitable location. Then, an angle is drawn on the test object next to the cellulose acetate film. This marking is also transferred to the glass slide. Once the film is dry, it is stripped from the test surface and attached to a glass slide. After that, the cellulose acetate sheet can be analyzed under an upright incident light microscope. The identified carbide

die Grundmatrix an (Bild 7b). Der negative Oberflächenabdruck kann nachfolgend an der getrockneten Acetatfolienoberfläche unter einem Auflichtmikroskop untersucht werden.

Die einzelnen Versuchsfelder haben gezeigt, dass eine gezielte Präparation mit SiC-Schleifpapier bei einer Körnung von P1500 Mesh (10  $\mu\text{m}$ ) ausreichend ist, um die Karbidzeiligkeit bestimmen zu können. Die Riefen, eingebracht während der Herstellung und dem Betrieb des Maschinenkreismesser, werden durch den Präparationsprozess Schleifen mit dem entsprechenden SiC-Schleifpapier ausreichend beseitigt. Durch eine Ätzzeit von 7 min wird genug Grundmatrix abgetragen, so dass die Karbide ausreichend aus der Grundmatrix hervortreten und mit der vorliegenden Topographie einen gut sichtbaren Abdruck in der Celluloseacetatfolie ermöglichen. Polieren der Oberflächen ist mit einer stärkeren Topographieausbildung gekennzeichnet, jedoch nicht essentiell zur Bild der enthaltenen Cr-reichen Hartphasen in einer gehärteten angelassenen Grundmatrix. Bei der Untersuchung von mehrphasigen Gefügen mit einer geringeren Härte­differenz der beteiligten Phasen kann somit ein zusätzlicher Polierschritt erforderlich sein um eine ausreichende Oberflächenbeschaffenheit bzw. Topographie einzustellen.

Um das Verfahren an ledeburitischen Kaltarbeitsstählen sicher durchzuführen, ist in Bild 14 das generelle Vorgehen zur Bestimmung der Karbidzeiligkeit schematisch dargestellt. Nach dem Schleifen (P500 u. P1500 Mesh) und Ätzen mit  $\text{V}_2\text{A}$ -Beize bzw.  $\text{HNO}_3$  für 7 min an einer geeigneten Stelle, wird die Celluloseacetatfolie auf der bearbeiteten Oberfläche aufgelegt. Anschließend wird neben der Celluloseacetatfolie das Versuchsobjekt mit einem Winkel markiert, der ebenfalls auf den Objektträger übertragen wird. Nachdem die Folie getrocknet ist, wird diese von der Prüfoberfläche abgenommen und auf einem Objektträger befestigt. Anschließend kann die Celluloseacetatfolie unter einem Auf-



bands are transferred to the microscope slide and traced. Now, the glass slide is put back onto the circular machine knife at the same location that had been previously selected and carbide orientations can be transferred to the test object.

## 4 Summary

In order to reuse materials in other components with a different function following a repurposing approach, it is vital to have knowledge about microstructure evolution. The present paper has presented a method, capable of identifying carbide banding and thus microstructure evolution in tool steels via non-destructive field metallography. As most metalworking businesses do not have a fully equipped metallography laboratory with stationary systems, a simple method for the characterization of carbide banding in ledeburitic cold work steels has been developed and presented. The study has shown that a surface condition suitable for the replication on cellulose acetate film can be produced by a single grinding step using P1500 mesh SiC abrasive paper (plane grinding of the surface) followed by etching with  $\text{HNO}_3$  or  $\text{V}_2\text{A}$  etchant for 7 minutes (removal of metallic matrix). Compared with a light-optical image of the microstructure, the negative impression created in this way shows a similar level of detail and is also capable of reproducing fine structures with a size in the micrometer range. During microscopic analysis, it must be ensured that the carbide orientation can be transferred back to the circular knife, requiring the blanks as well as the glass slide to be labelled consistently.

## 5 Acknowledgements

The present study has been conducted within the framework of the Federal Ministry

lichtmikroskop analysiert werden. Die identifizierte Karbidzeitigkeit wird auf den Objektträger übertragen und aufgezeichnet. Wird nun der Objektträger wieder an die zuvor gewählte Stelle auf das Maschinenkreismesser gelegt, kann die Karbidzeitigkeit auf das Versuchsobjekt übertragen werden.

## 4 Zusammenfassung

Um Materialien durch den Prozess des Repurposes in anderen Bauteilen mit geänderter Funktion wiederzuverwenden, muss eine Kenntnis über die Gefügeausbildung vorliegen. Im Rahmen dieses Beitrages ist ein Verfahren vorgestellt worden, mit dem durch zerstörungsfreie ambulante Metallographie die Karbidzeitigkeit von Werkzeugstählen und somit die Gefügeausbildung ermittelt werden kann. Da die meisten metallverarbeitenden Betriebe auf kein ausgestattetes Labor für eine stationäre Metallographie zurückgreifen können, wurde ein einfaches Verfahren zur Bestimmung der Karbidzeitigkeit in ledeburitischen Kaltarbeitsstählen vorgestellt. Es konnte gezeigt werden, dass ein einfaches Schleifen mit SiC-Papier der Körnung P1500 (Begradigen der Oberfläche) gefolgt durch ein 7-minütiges Ätzen mit  $\text{HNO}_3$  oder  $\text{V}_2\text{A}$ -Beize (Abtrag der Metallmatrix) eine Oberflächenbeschaffenheit erzeugt werden konnte, an der ein Negativabdruck mittels Celluloseacetatfolie möglich ist. Im Vergleich zu einer lichtmikroskopischen Gefügaufnahme besitzt der so entnommene Negativabdruck eine ähnliche Detailtiefe, so dass auch feine Strukturen mit einer Größe im Mikrometerbereich abgebildet werden können. Bei der Analyse unter dem Mikroskop muss darauf geachtet werden, dass die Karbidzeitigkeit im Anschluss auf das Kreismesser übertragen werden kann. Hierfür müssen die Ronde und der Objektträger einheitlich gekennzeichnet werden.

## 5 Danksagung

Die vorliegende Arbeit ist im Rahmen des BMBF-Verbundprojektes „ReziProK: COT –

of Education and Research's (*Bildungsministerium für Bildung und Forschung, BMBF*) joint project "ReziProK: COT – CIRCLE OF TOOLS: Development of steel tools and testing of demonstrators designed for a circular economy", funding reference number 033R230A. We would like to thank the Federal Ministry of Education and Research for funding this study.

CIRCLE OF TOOLS: Entwicklung und Erprobung von Demonstratoren im Kontext einer zirkularen Wertschöpfung von Werkzeugstählen." unter dem Kennzeichen 033R230A entstanden. Wir danken dem Bildungsministerium für Bildung und Forschung für die gewährte Zuwendung.

## References / Literatur

- [1] J. Potting, M. P. Hekkert, E. Worrell, A. Hanemaaijer, Circular Economy: Measuring innovation in the product chain, PBL Netherlands Environmental Assessment Agency, Netherlands, 2017.
- [2] Dörrenberg Edelstahl, Gegossene/geschmiedete Rollen aus Werkzeugstahl Technische Betrachtung, Website.
- [3] H.-H. Cloeren, Materialographische Präparationstechniken: Leitfaden für den Praktiker und Einsteiger Tipps & Tricks Vermeidung von Artefakten von der Probenentnahme bis zum fertigen Schliff Materialographie, Bauteilmaterialographie, Dünnschlifftechnik, Archäo-Materialographie, first. Auflage, CTV Heinz-Hu-

bert Cloeren, Niederkrüchten, 2014.  
ISBN: 978-3-9816824-0-3

- [4] Jäger, Sebastian (2022): Analyse rezyklierter Schleifabfälle im Hinblick auf ausgewählte Verfahren der additiven Fertigung und der Pulvermetallurgie.  
DOI: 10.25926/g2dw-p420

## Bibliography

DOI 10.1515/pm-2022-0034  
Pract. Metallogr. 59 (2022) 6; page 296–316  
© 2022 Walter de Gruyter GmbH,  
Berlin/Boston, Germany  
ISSN 0032–678X · e-ISSN 2195–8599

### Philipp Kronenberg



born in 1993, since 2019 PhD student working at the Chair for New Manufacturing Technologies and Materials of the University of Wuppertal. His research focuses on circular economy in the metalworking industry.

### Lucas Wieczorek



born in 1992, since 2020 he is a research assistant at the Chair of New Manufacturing Technologies and Materials at the University of Wuppertal. His research project focuses on piloting a circular economy in the tool and knife industry.