

Selektivno elektrolitsko jedkanje karbidov Me_6C in MeC v brzoreznem jeklu 6-5-2

Uvod

Študij jedkanja posameznih strukturnih faz doseže pomembne kriterije, če pripravimo te faze sintetsko in določimo njihovo elektrokemijsko stabilnost.

Preiskovali smo vzorce brzoreznega jekla 6-5-2. V njem nastopajo karbidi strukturnega tipa Me_6C in MeC . Z elektronsko mikrosondo smo določili kemijsko analizo obeh tipov karbidov. Sintezo karbidov smo izvršili po poznani kemijski analizi. Po kemijski sestavi in strukturi ustrezajo sintetski karbidi karbidom Me_6C in MeC v preiskovanem brzoreznem jeklu. Na vzorcih brzoreznega jekla in sinterskih karbidih smo izvršili elektrokemijske meritve v različnih elektrolitih.

Naš namen je bil, da bi dosegli takšne elektrolitske razmere, ki dovoljujejo selektivno jedkanje ene ali druge karbidne faze, ne da bi jedkali osnovno maso.

Eksperimentalni del

Poskuse smo izvršili s sledečimi materiali:

1. Brzorezno jeklo 6-5-2. Kemijska analiza: 0,8 % C; 6,65 % W; 5,38 % Mo; 4,5 % Cr; 1,88 % V. Toplotna obdelava: kaljeno 1180° C, napuščeno 2 uri pri 560° C. Vzorci z ekstremno grobimi in finimi karbidi.

2. Elektrolitsko železo

3. Sintetski karbid Me_6C , ki po kemijski sestavi in strukturi ustreza karbidom Me_6C v preiskovanem brzoreznem jeklu. Kemijska analiza: 33 % Fe; 38 % W, 18 % Mo; 5 % Cr; 4 % V in 2,3 % C (preračunano)

4. Sintetski karbid MeC , ki po kemijski sestavi in strukturi ustreza karbidom MeC v preiskovanem brzoreznem jeklu. Kemijska analiza: 73 % V; 6 % Mo; 5 % W, 18,2 % C (preračunano).

Možne so bile sledeče kombinacije strukturnih faz:

a) osnovna masa + karbid Me_6C + karbid MeC (brzorezno jeklo 6-5-2)

b) osnovna masa (elektrolitsko železo kot na-domestilo)

c) karbid Me_6C (sintetski)

d) karbid MeC (sintetski)

Elektrolitska celica je bila steklena posoda v obliki U. V umetno maso stisnjeni in polirani vzorci (površina ca 1 cm²) so bili pritisnjeni z vzmetjo na obroč iz stekla pleksi v razširjenem kraku celice. V drugem kraku celice je bila platinska elektroda. Vzorci so bili vedno vezani kot anoda, platinska elektroda pa kot katoda. Primerjalna elektroda je bila nasičena kalomelna elektroda. Poskusi so bili izvršeni pri 20° C.

Z opisanimi vzorci smo izvršili potenciostatske meritve (gostota toka proti napetosti). Uporabili smo elektrolite različne sestave. Po dobljenih krivuljah smo potem določili pogoje za galvanostatsko jedkanje karbidov v preiskovanem jeklu.

Elektrokemijske meritve metalografsko pripravljenega obrusa nam dovoljujejo kontrolo površine pred poskusom in direktno primerjavo načina jedkanja z rezultati elektrokemijskih meritev v nekem elektrolitu.

V raztopini 3 % KBr in 1 % askorbinske kisline¹ se elektrolitsko jedka osnovna masa, karbidi Me_6C in MeC ostanejo nenapadeni. Če pa izberemo raztopino NaOH ², se jedkajo karbidi in ostane nenapadena osnovna masa. Pri naših poskusih smo ugotovili, da koncentracija NaOH bistveno vpliva na elektrokemijsko stabilnost karbidov. Po teh ugotovitvah smo določili pogoje selektivnega jedkanja karbidov Me_6C in MeC v brzoreznem jeklu 6-5-2.

Rezultati in diskusija

Slika 1 prikazuje rezultate elektrokemijskih meritev v elektrolitu: 3 % KBr z dodatkom 1 % askorbinske kisline. Dobili smo sledeče zaporedje elektrokemijske stabilnosti: elektrolitsko železo (najmanj stabilno) — brzorezno jeklo — karbid Me_6C — karbid MeC .

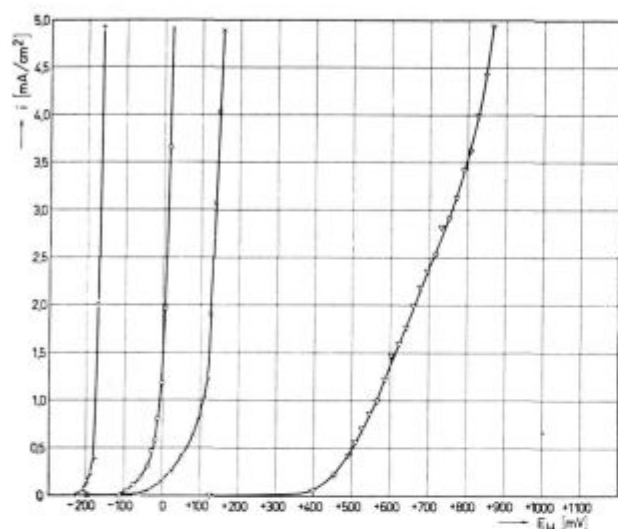
V 0,1 molarnem NaOH se raztopi najprej karbid Me_6C , nato MeC . Sledita brzorezno jeklo in elektrolitsko železo (slika 2).

Narobe pa opazimo, da je karbid Me_6C v 0,01 molarnem NaOH stabilnejši kot karbid MeC (slika 3).

Elektrokemijske meritve se dobro reproducirajo. Izjemno je samo obnašanje karbida Me_6C v 0,1 molarnem NaOH , kar pa prisojamo plasti reakcijskih produktov na površini obrusa.

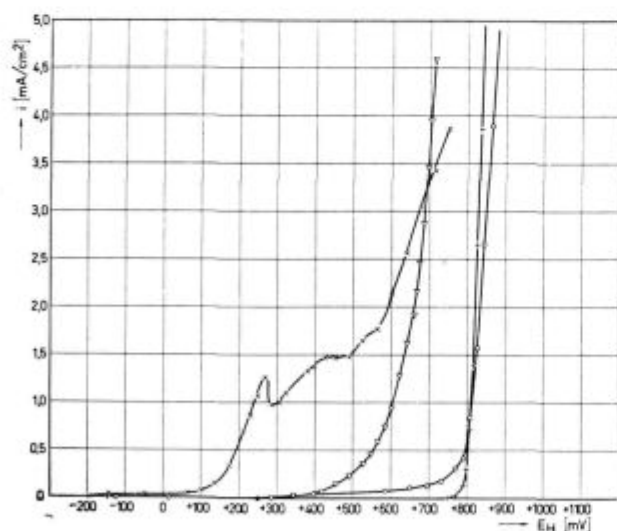
Po primerjavi slik 2 in 3 lahko sklepamo, da se karbidu Me_6C ustrezna lega krivulj s spremembo koncentracije NaOH ne spremeni veliko. Pač pa se bistveno spremeni lega krivulj s spremembo koncentracije NaOH pri sintetskem karbidu Me_6C .

Lega potenciostatskih krivulj in mikroskopski pregled vzorcev brzoreznega jekla po izvršenih



Slika 1

Potenciostatske krivulje (gostota toka proti napetosti) Elektrolit: 3 % KBr + 1 % askorbinske kisline o brzorezno jeklo 6-5-2, + elektrolitsko železo, x sintetski karbid Me_6C , sintetski karbid Me_6C



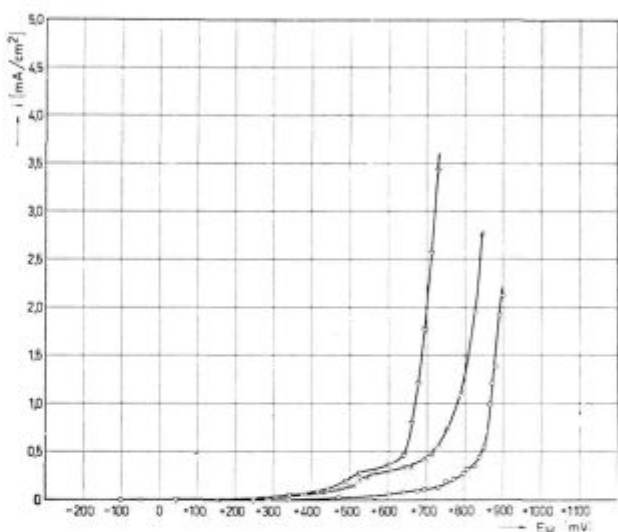
Slika 2

Potenciostatske krivulje (gostota toka proti napetosti) Elektrolit: 0,1 m raztopina NaOH o brzorezno jeklo 6-5-2, + elektrolitsko železo, x sintetski karbid Me_6C , sintetski karbid Me_6C

meritvah sta nam bila izhodišče za izbiro galvanostatskih pogojev selektivnega jedkanja karbidov v preiskovanem brzoreznem jeklu.

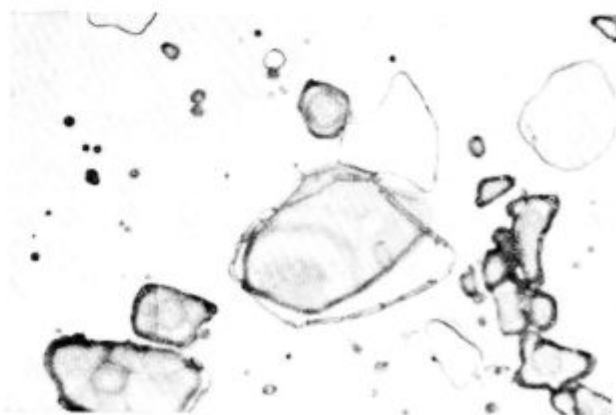
Pri galvanostatskem jedkanju v 0,1 molarnem NaOH in pri gostoti toka 1 mA/cm^2 so se karbidi Me_6C najprej rahlo obarvali. Po daljšem času jedkanja, posebno če smo uporabili bolj koncentrirane raztopine NaOH , pa je hidroksidna kožica na površini karbidnih zrn razpokala in se včasih celo odluščila (slika 4). V pravilno izbranih razmerah (30 mCb/cm^2) se karbidi Me_6C obarvajo rahlo modro do rjavo.

Pri galvanostatskem jedkanju v 0,01 molarnem NaOH in gostoti toka 1 mA/cm^2 se karbidi Me_6C po krajšem času obarvajo sivo, po daljšem času



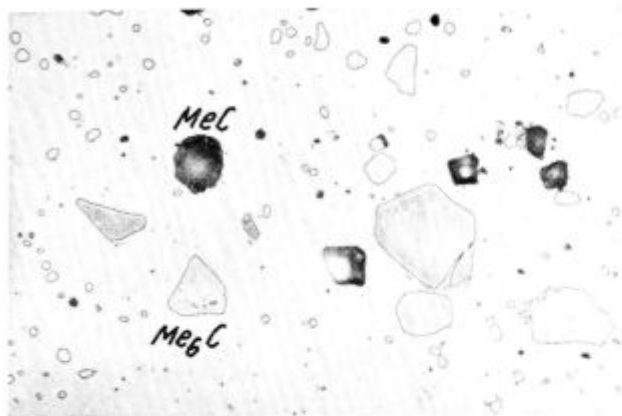
Slika 3

Potenciostatske krivulje (gostota toka proti napetosti) Elektrolit: 0,01 m raztopina NaOH o brzorezno jeklo 6-5-2, + elektrolitsko železo, x sintetski karbid Me_6C , sintetski karbid Me_6C



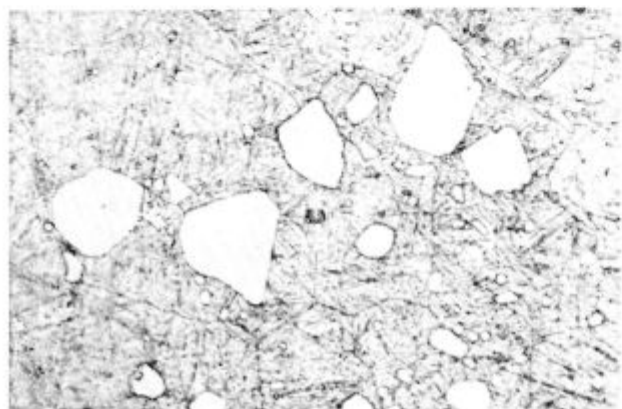
Slika 4

Selektivno jedkanje karbidov Me_6C v brzoreznem jeklu 6-5-2. Elektrolit: 0,1 m raztopina NaOH ; gostota toka 1 mA/cm^2 ; povečava $500\times$



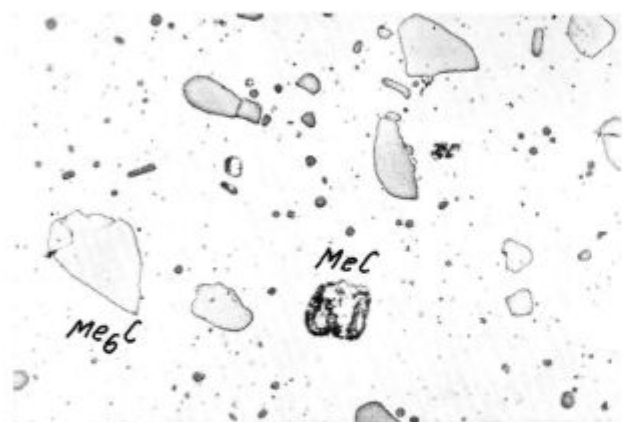
Slika 5

Selektivno jedkanje karbidov MeC in MeC v brzoreznem jeklu 6-5-2. Jedkanje karbidov MeC: elektrolit 0,01 m NaOH; gostota 1 mA/cm². Jedkanje karbidov MeC: elektrolit 0,1 m NaOH; gostota toka 1 mA/cm², povečava 500×



Slika 6

Jedkanje osnovne mase v brzoreznem jeklu 6-5-2. Elektrolit: 3 % KBr + 1 % askorbinska kislina; gostota toka 1 mA/cm²; povečava 500×



Slika 7

Istočasno selektivno jedkanje karbidov MeC in MeC v brzoreznem jeklu 6-5-2. Elektrolit: 0,03 m NaOH; gostota toka 1 mA/cm², pov. 500×

jedkanja pa počrni (300 m Cb/cm²). Karbidi MeC se brez ozira na velikost zrn enako dobro izjedkajo.

Na istem metalografskem obrusu lahko jedkamo brez vmesnega poliranja najprej eno, potem pa drugo vrsto karbidov. Pri vzorcih brzoreznega jekla z zelo finimi karbidi pa je priporočljivo ločeno jedkanje karbidov MeC.

Slika 5 je primer selektivnega jedkanja karbidov MeC v 0,01 molarne NaOH in karbidov MeC v 0,1 molarne NaOH. Temna zrna ustrezajo izjedkanim karbidom MeC, svetlejša pa rahlo obarvanim karbidom MeC. Osnovna masa je nejedkana.

Slika 6 velja za primerjavo in kaže rezultat galvanostatskega jedkanja v raztopini 3 % KBr in 1 % askorbinske kisline. Karbidi MeC in MeC so nejedkani, jedkana je osnovna masa.

V koncentracijskem območju med 0,1 in 0,01 molarne NaOH mora sovpadati elektrokemijska stabilnost obeh karbidnih faz pri neki koncentraciji. To bi metalografsko pomenilo, da se morata pri določeni koncentraciji NaOH hkrati jedkati obe karbidni fazi.

Slika 7 nam to potrjuje in kaže hkrati galvanostatsko jedkanje karbidov MeC in MeC v 0,03 molarne NaOH pri gostoti toka 1 mA/cm².

Z uporabo sintetskih karbidov in določitvijo njihove elektrokemijske stabilnosti v različnih elektrolitih dobimo vsaj kvalitativen pokazatelj elektrokemijske stabilnosti posameznih karbidnih faz v jeklu, ki nam omogoča njihovo mikroskopsko identifikacijo po manj empiričnem načinu.

Zaključki

Z uporabo sintetskih karbidov nam je mogoče določiti elektrokemijske razmere v katerih lahko selektivno jedkamo posamezno vrsto karbidov v preiskovanem jeklu.

Ugotovili smo, da se v vzorcu brzoreznega jekla 6-5-2 v 0,01 molarne NaOH selektivno jedkajo karbidi MeC, da se v 0,1 molarne NaOH selektivno jedkajo karbidi MeC ter da se v 0,03 molarne NaOH hkrati selektivno jedkata obe vrsti karbidov. Najugodnejša gostota toka je 1 mA/cm².

Na metalografskem obrusu brzoreznega jekla 6-5-2 lahko jedkamo torej brez vmesnega poliranja najprej eno, potem pa drugo vrsto karbidov. Lahko tudi hkrati selektivno jedkamo obe vrsti karbidov. Pri vzorcih jekla z zelo finimi karbidi je priporočljivo, da se karbidi MeC ločeno jedkajo.

Zahvaljujemo se Železarni Ravne in Skladu »Borisa Kidriča« za finansiranje teh preiskav ter ing. J. Rodiču za tehnološke nasvete in vzorce brzoreznega jekla.

Posebno zahvalo dolgujemo prof. dr. R. Kiefferju za idejo in izvršitev sinteze karbidov na Institutu für Chemische Technologie Anorganischer Stoffe v TVŠ na Dunaju in prof. dr. H. Malissi za izvršitev kemijske analize karbidov z elektronsko mikrosondo na institutu für Analytische Chemie und Mikrochemie TVŠ na Dunaju.

Literatura

1. W. KOCH: Metallkundliche Analyse, Verlag Stahleisen m. b. H. Düsseldorf, Verlag Chemie, H. m. b. H., Weinheim, 1965.
2. P. LECKIE — EWING, Transactions of the A. S. M., 44 (1951), str. 148/66.

ZUSAMMENFASSUNG

Das Studium des Ätzens der einzelnen Strukturphasen gewinnt Kriterien damit, dass wir diese Phasen synthetisch vorbereiten und ihre elektrochemische Stabilität bestimmen.

Die Untersuchungen unternahmen wir auf Proben des Schnelldrehstahles 6—5—2. Hier treten die Karbide der strukturellen Type Me_3C und MeC auf. Mittels der elektronischen Mikrosonde wurde die chemische Analyse beider Karbidtypen bestimmt. Auf Grund der bekannten chemischen Analyse wurde die Synthese der Karbide durchgeführt. Die synthetischen Karbide entsprechen nach der chemischen Zusammensetzung und der Struktur den Karbiden Me_3C und MeC im untersuchten Schnelldrehstahl.

Auf Proben des Schnelldrehstahles und den synthetischen Karbiden wurden in verschiedenen Elektrolyten elektrochemische Messungen durchgeführt.

Unser Bestreben war solche elektrolytische Bedingungen zu erreichen, die selektives Ätzen der einen oder der anderen Karbidphase erlauben würden, ohne dabei die Grundmasse zu ätzen.

Wir stellten fest, dass das geeignete Elektrolyt NaOH ist:

Für das selektive Ätzen der Karbide MC verwendeten wir 0,01 NaOH, für das selektive Ätzen der Karbide Me_3C aber 0,1 NaOH.

SUMMARY

Study of etching of single phases attains important criterions by synthetical preparation of the phase and by its electrochemical stability determination.

Research was made on samples of high speed tool steel 6-5-2. Here carbides of structural type Me_3C and MeC are found. Chemical analysis of both types of carbides was established by electronic microsearcher. Synthesis of carbides was made on the basis of known chemical analysis. Synthetical carbides correspond upon chemical analysis to carbides Me_3C and MeC which were found in above mentioned high speed tool steel. Electro-

chemical measurements were carried out in different electrolyts for samples of high speed tool steel and for synthetical carbides.

Our goal was to find such electrolytic terms which would allow selective etching one or another carbide phase without etching of matrix.

We established NaOH to be suitable electrolyt. For selective etching of carbides MeC we used 0,01 m NaOH solution and for selective etching of carbides Me_3C 0,1 NaOH solution.