

INVESTIGATION OF THE POSSIBILITY OF MODIFYING A THERMAL PROBE IN NICKEL-ALLOY PROBE TEST METHOD³

Assoc. Prof. Danail Gospodinov, PhD

Department of Materials Science and Technology,

“Angel Kanchev” University of Ruse

E-mail: dgospodinov@uni-ruse.bg

Abstract: Currently, there are five standards for determining the cooling characteristics of industrial quenching oils worldwide. In the territory of the European Union, the standard is ISO 9950.

The paper examines the possibility of using an alternative material for the manufacture of the standardized nickel-alloy test piece, which is a general tool for determining the quenching ability of the quenching oils according to ISO 9950 standard. The material recommended for its manufacture is INCONEL 600. As an alternative material, X5CrNi18-10 steel was chosen. In order to predetermine its suitability for the this application, a comparative analysis of the thermophysical characteristics of the two materials was made based on literature data and through their simulation with JMatPro. After manufacturing the test piece according to the requirements of ISO 9950, an experimental study with a reference quenching oil Bellini FNT was carried out. A conclusion regarding the possibility of using modified test piece made of X5CrNi18-10 steel was made.

Keywords: Heat treatment, Quenching ability, Quenching oils, ISO 9950, nickel-alloy probe

ВЪВЕДЕНИЕ

Термичното обработване на метални обекти има важно място в металообработването. То осигурява желаните свойства на машиностроителните материали и гарантира надеждността и дълготрайността им при работа.

В практиката на термичното обработване по-голямата част от конструкционните и почти всички инструментални стомани, както и изделията изработени от тях се закаляват във вода или масла.

Избирането на подходящи среди за охлаждане в зависимост от вида на стоманата и редица други фактори (форма и размери на изделието, начина на подреждане, използване на приспособления и др.) е от съществено значение за качествено им закаляване. Охлаждането по време на закаляване трябва да гарантира получаване на мартензитна структура без да предизвиква дефекти, като деформации или пукнатини.

Правилният избор на среда за закаляване, изисква познаване както на термокинетичните диаграми (прокаляемостта) на стоманата, така и на охлаждащата способност (ОС) на избрания охладител и на влиянието на фактори като температура, разбъркване и др. върху нея. Информация за термокинетичните диаграми на разпадане на преохладания аустенит лесно може да бъде открита в специализираната литература.

За моделиране и изследване на топлинни процеси се прилагат предимно числени методи (Draganov I. et al. 2018, Mileva S. et al. 2020). На тяхна основа са разработени софтуерни продукти симулиращи процесите на разпадане при охлаждане, даващи информация за термокинетичните диаграми за произволен състав. По отношение на охлаждащата способност изборът е усложнен поради следните причини:

- Не винаги има налична информация за охлаждащата способност на използваните среди за закаляване. Обикновено производителите на среди за закаляване дават препоръки за използване на охладителя, описващи условията за работа на продукта и групите стомани, за които той е подходящ;

³ Докладът е представен на заседание на секция „Механика и машиностроителни технологии“ на 27 октомври 2023 с оригинално заглавие на български език: ИЗСЛЕДВАНЕ НА ВЪЗМОЖНОСТТА ЗА МОДИФИЦИРАНЕ НА СТАНДАРТНО ПРОБНО ТЯЛО ЗА ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ОХЛАЖДАЩА СПОСОБНОСТ НА СРЕДИ ЗА ЗАКАЛЯВАНЕ

- Охлаждащата способност на средите зависи освен от техния състав и от редица външни фактори, като температура, разбъркване, налягане;
- Скоростта на охлаждане зависи от формата и размерите на охлаждащите обекти;
- Не на последно място характеристиките на охлаждащата способност зависят от метода използван за тяхното определяне.

Понастоящем съществуват множество методи и средства за определяне на ОС на среди за закаляване, като част от тях са стандартизирани. Въпреки това, за разлика от други стандарти, в тези за определяне на характеристиките на ОС има съществени различия по отношение на методите и средствата за нейното определяне. Това води до значителни разлики при определяне на локалните и интегрални оценки за една и съща среда, определени по даден стандарт. Поради това те трябва винаги да бъдат обвързани със стандартния или нестандартен метод, по който са определени. Сравняване на ОС на различни среди може да се прави само ако тя е определена по един и същи метод.

Към настоящия момент в световен мащаб има пет действащи стандарта за определяне на характеристиките на ОС на масла за закаляване и само един за определяне на ОС на водополимерни среди. Действащия на територията на Европейския съюз стандарт е ISO 9950. Освен него съществуват следните стандарти (Liščić, B., & Singer, S., 2014):

- САЩ – ASTM D6200 - стандарта е аналогичен на ISO 9950. Пробното тяло, което е основният инструмент за определяне на интензивността на топлоотнемане е с размери $\varnothing 12.5 \times 60$ mm, изработено от сплав на никелова основа с търговско наименование INCONEL 600 и термоелемент разположен в геометричния му център;
- Франция – AFNOR NFT-60778 – пробно тяло от чисто сребро с размери $\varnothing 16 \times 48$ mm и термоелемент разположен в геометричния му център;
- Япония - JIS K2242 – пробно тяло от чисто сребро с размери $\varnothing 10 \times 30$ mm и термоелемент разположен на повърхността на пробното тяло;
- Китай - Z8 E 45003 – пробно тяло от чисто сребро с размери $\varnothing 10 \times 30$ mm и термоелемент разположен в геометричния център на пробното тяло.

Целта на настоящата работа е да се изследва възможността за замяна на предписания според ISO 9950 и ASTM D6200 материал за изработване на пробно тяло за определяне на охлаждащата способност на среди за закаляване.

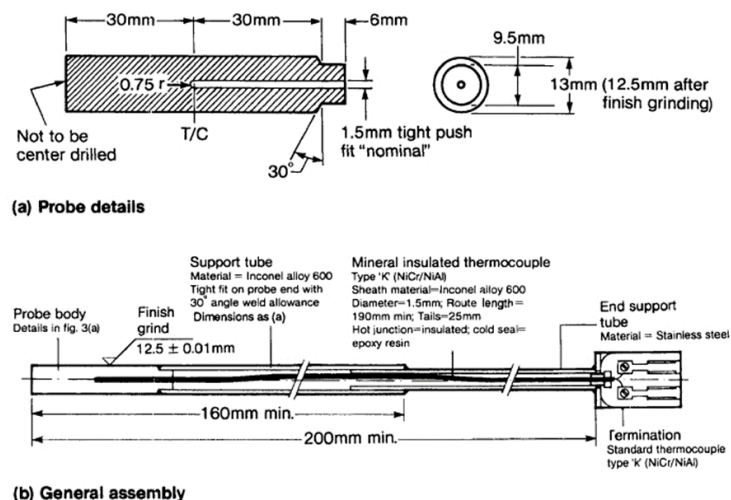
МЕТОДИКА

Според действащия към момента на територията на ЕС стандарт ISO 9950 и американският ASTM D6200 (аналогичен на ISO 9950) пробното тяло, което е основният инструмент за определяне на интензивността на топлоотнемане, е с размери $\varnothing 12.5 \times 60$ mm и е изработено от сплав на никелова основа с търговско наименование INCONEL 600. В геометричния център на тялото е разположен и термоелемент тип К (фиг.1).

Необходимостта от изследването на възможността за замяна на препоръчания от стандарта материал е предизвикана от неговата дефицитност и трудностите свързани с осигуряване на заготовки с размери близки до размерите на стандартното пробно тяло. Според препоръките на ISO 9950 пробното тяло е консуматив, като цикълът му на живот не надвишава 100 нагрявания. Към момента само една фирма на територията на ЕС и САЩ предлага този продукт.

Основните критерии за избор на алтернативен материал са свързани с условията: топлофизичните характеристики (специфичен топлинен капацитет, топлопроводност) на материалите да са приблизително едни и същи; препоръчваният и алтернативният материал да притежават сходна способност за окисляване при високи температури. Изпълняването на първото изискване ще осигури възможност за получаване на близки по абсолютна стойност дискретни стойности, описващи връзката между времето и температурата в процеса на охлаждане, поради приблизително еднаквото количество акумулирана топлина и поради приблизително еднаквата скорост на нейното разпространение. Второто изискване е свързано с влиянието на повърхността на охлаждащите обекти върху топлоизвличането.

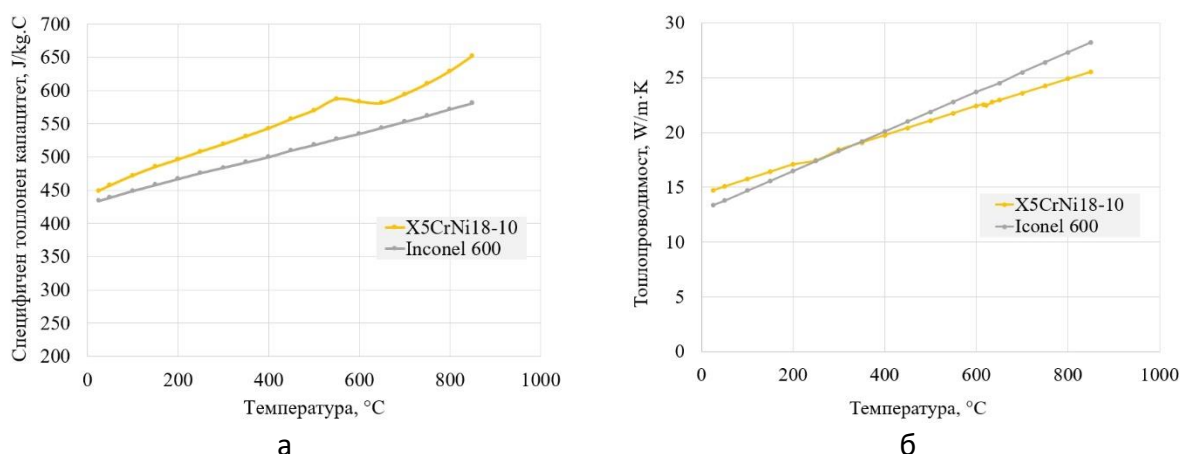
Известно е, че наличието на оксиди на повърхността, вследствие нагряването до температури над 500°C , оказва влияние върху скоростта на топлоотнемане (Ma, Sh. 2002), поради което е необходимо да се анализира и състоянието на повърхността на пробата преди потапянето ѝ в охлаждащата среда. За определяне на функционалността на новото пробно тяло ще се използва референтно масло за закаляване според ISO 9950.



Фиг. 1 Общ вид на пробното тяло преди (а) и след (б) сглобяване (ISO 9950:1995)

Като материал за изработването на алтернативно пробното тяло е избрана стомана X5CrNi18-10 БДС EN 10088-1:2015 (X18H10). Освен, че топлофизичните характеристики на двата материала са много близки X5CrNi18-10 притежава добро съпротивление срещу окисляване при повишени температури. Материалът на практика е най-използваната в практиката стомана с аустенитна структура, което прави лесна неговата доставка.

С цел потвърждаване на предварителното заключение направено на база литературни източници (Rowolt, Ch. et al. 2019, <https://www.lucefin.com>, <https://www.linseis.com>) даващи информация за топлофизичните характеристики на двата материала и на база тяхното симулиране с помощта на специализираният софтуерен продукт JMatPro (фиг.2) е проведено допълнително симулационно изследване на процеса на охлаждане с помощта на специализиран софтуер за изследване по метода на крайните елементи ABAQUS (фиг.3).



Фиг.2 Изменение на специфичния топлинен капацитет (а) и на топлопроводността (б) във функция от температурата за двата материала

От анализа на литературните източници става ясно, че топлофизичните характеристики, оказващи непосредствено влияние върху интензивността на топлинните процеси при нагряване и охлаждане не се различават с повече от 10 %. Това е предпоставка за получаване на разлики в скоростите на нагряване и охлаждане нямащи практическо значение за

планираните експерименти. Сравняването на предсказаните топлофизични характеристики с такива от литературни източници за същите материали показва добро съвпадение.

Данните, получени от литературните източници се потвърждават и от симулацията с JMatPro (фиг.2). От резултатите показани на фигурата можем да приемем, че изборът на материал за замяна на Inconel 600 по тези критерии е подходящ. Взимайки под внимание и факта, че двата материала се препоръчват за работа при повишени температури се предполага, че съпротивлението им срещу окисляване е сходно и това няма да окаже значимо влияние върху резултатите от изследването. Въпреки това, в разработваното допълнително оборудване е предвидена възможност за намаляване на окислителната способност на нагревната среда посредством подаване на инертен газ (аргон) в зоната на нагряване.

Таблица 1. Характеристики на охлаждащата способност на референтно масло за закаляване Bellini FNT по сертификат

	Време до достигане на температура (s)			Скорост на охлаждане (°C/s)		Температура при Vmax (°C)
	600°C	400°C	200°C	при 300°C	Max.	
Характеристики по сертификат	6.7	11.7	53.4	5.2	93	632

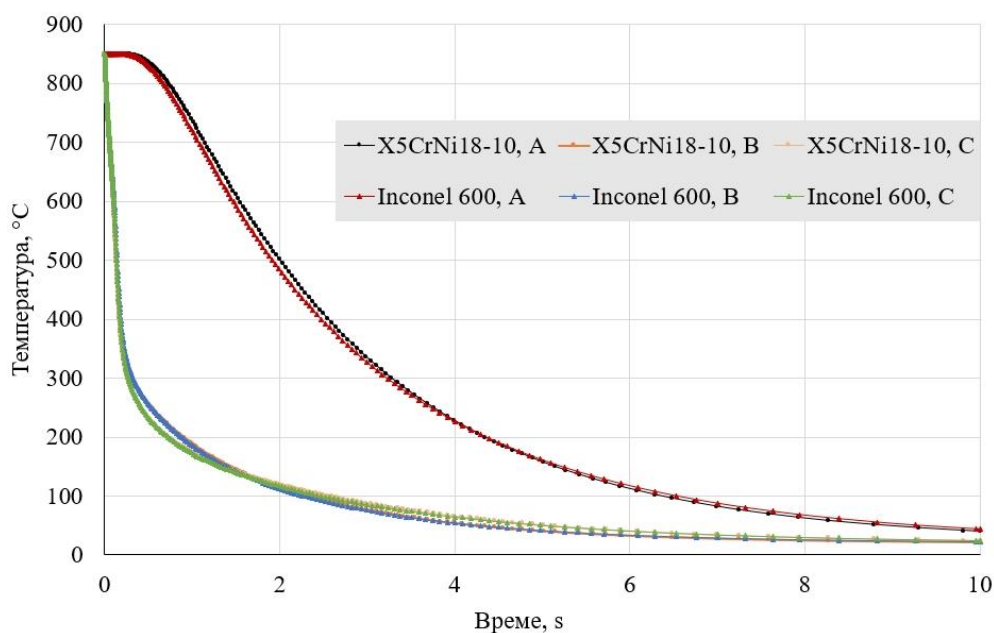
За изследване на точността на определяне на охлаждащите свойства на среди за закаляване и анализиране на възможността за замяна на предписания в стандарта материал INCONEL 600 с X5CrNi18-10 са извършени натурни експерименти с референтно масло за закаляване Bellini FNT предлагано от RISE Research Institutes of Sweden. Референтното масло е придружено от сертификат (табл.1), в който са посочени характеристиките на охлаждащите му свойства определени по ISO 9950 със стандартно пробно тяло от INCONEL 600.

РЕЗУЛТАТИ

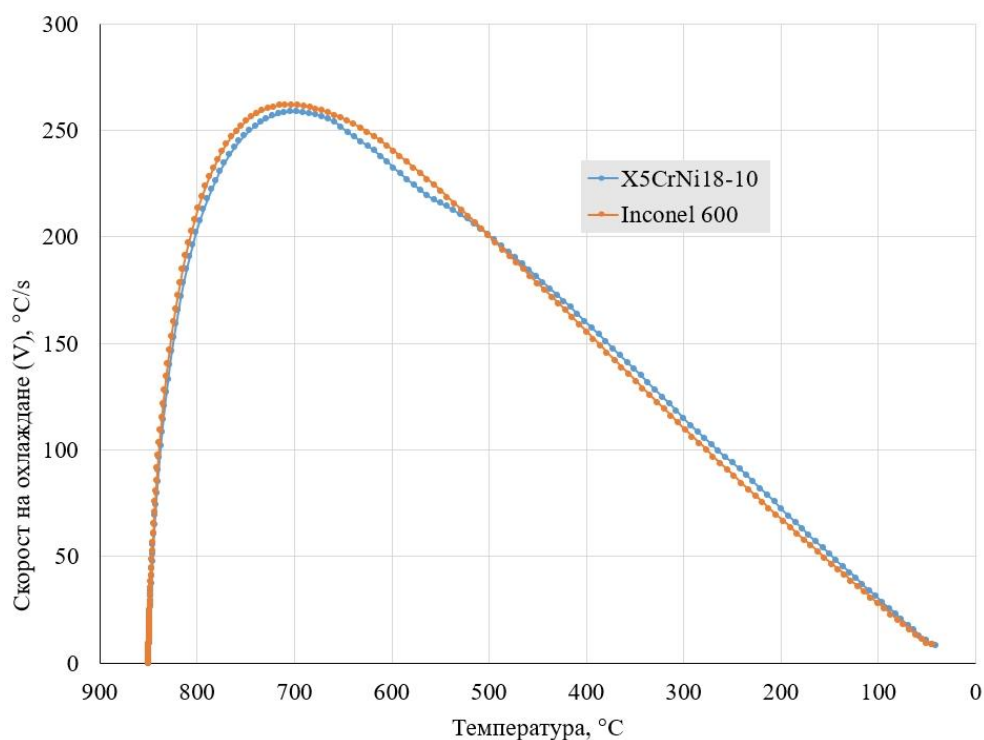
След симулиране на топлофизичните характеристики е направено и симулиране на процеса на охлаждане за двата материала. То е извършено с помощта на софтуерния продукт ABACUS. За нуждите на симулацията, като входни данни се използват получените вече топлофизични характеристики за двата материала. Използваният коефициент на топлопредаване в случая е взет от предходни експериментални работи (Danev, I., Radev, R., & Gospodinov, D., 2022). След завършване на симулацията софтуерът дава възможност за проследяване на изменението на температурата във функция от времето за произволна точка от обема на изследвания обект (фиг.3). Обработването на получените резултати включва сравнителен анализ на кривите на охлаждане за характерни точки от пробното тяло. В случая са избрани три точки, като основната точка, по която е направен извода за възможността за замяна на двата материала е геометричния център на пробното тяло (мястото в което се монтира термoeлемента). На фиг. 3 е показан резултата от симулационното изследване.

От фигурата се вижда, че за точки В и С се наблюдава препокриване, показващо еднаква скорост на охлаждане на повърхността за двата материала в целия температурен интервал. При взетата за референтна точка А се наблюдават по-големи разлики в температурата особено в стадия на кипене, където процесите на топлоотнемане са най-интензивни. Въпреки това регистрираните разлики в температурата не надвишават 3 %.

Предвид, че стандарта изисква пресмятане на скоростта на охлаждане в определени точки и интервали, на фиг.4 са показани производните криви на температурата във функция от времето, даващи информация за скоростта на охлаждане в целия изследван интервал. От фигурата се вижда, че пресметнатите скорости на охлаждане са приблизително еднакви.



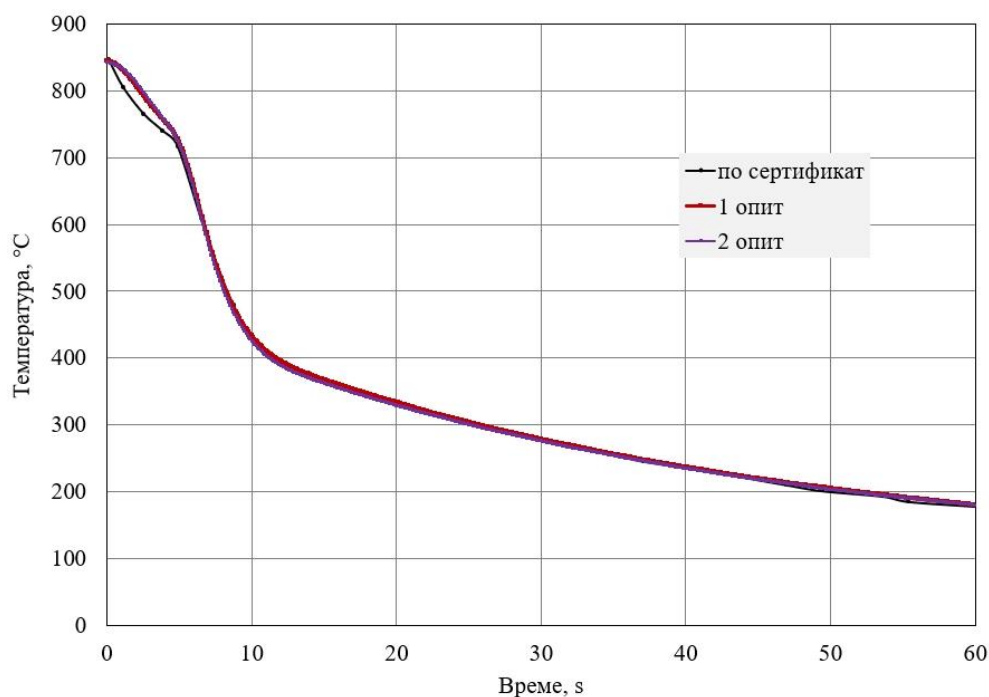
Фиг.3 Резултати от симулирането с ABACUS на време-температурните криви в избрани точки от пробното тяло т. А - в геометричния център на тялото; т. В - в центъра на основата; т. С - в средата на образуващата на цилиндъра



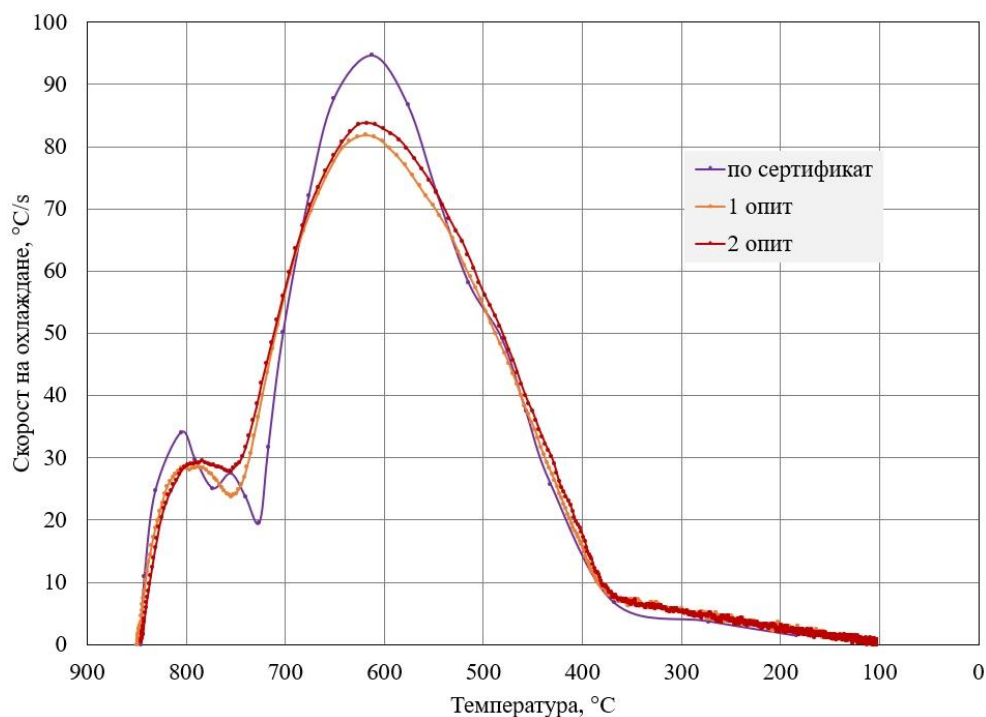
Фиг.4 Резултати от симулирането с ABACUS на скоростта на охлаждане в т.А (геометричен център на тялото)

В първоначалния етап от охлаждането се наблюдава пълно препокриване на скоростите, след което регистрираните скорости на охлаждане за стомана X5CrNi18-10 са по-ниски, което е логично предвид по-малката топлопроводност на тази стомана до температури около 400°C и по-големият ѝ специфичен топлинен капацитет (фиг.2а,б). По отношение на максималната скорост на охлаждане (която е измерима характеристика според ISO 9950) разликата е под 0.5%. След достигане на температура в центъра на пробното тяло около 400°C и по-ниска

скоростта на охлаждане надхвърля тази на пробното тяло от INCONEL 600. Ефекта е свързан с по-голямата топлопроводност на X5CrNi18-10 при температури под 350°C.



Фиг.5. Време-температурни криви на охлаждане на референтно масло Bellini FNT



Фиг.6. Скорост на охлаждане на референтно масло Bellini FNT

Резултатите от изпитването за определяне на функционалността и точността на определяне на характеристиките на охлаждащата способност на референтното масло за закаляване са показани на фиг.5 и фиг.6.

На фиг.5 може да бъде видяна връзката между температурата и времето за охлаждане в референтното масло според сертификата и след провеждане на охлаждане на изработеното от X5CrNi18-10 пробно тяло. Вижда се, че характера на кривите е идентичен, като характерните точки, описващи преминаването през различните стадии на охлаждане практически съвпадат.

На фиг. 6 са показани кривите на изменение на скоростта на охлаждане във функция от температурата. Единствената съществена разлика между референтната крива и тези получени при проведените експерименти е в максималната скорост на охлаждане. В случая регистрираната скорост на охлаждане е по-малка средно с 10 °C спрямо референтната по сертификат.

Според ISO 9950 оценяването на охлаждащата способност на среди за закаляване става по шест критерия, описани в таблицата по-долу. Сравняването на получените резултати с тези от сертификата показва отклонение единствено в максималната скорост на охлаждане. Според практическите насоки на организация *IVF Smart Quench* към *Research Institutes of Sweden* това може да се дължи на недобре подготвена повърхност на пробното тяло или недобър контакт на термоелемента с него. Друга предпоставка за получаване на по-ниски стойности за скоростта на охлаждане в стадия на кипене е честотата на снемане на данни от първичния преобразувател. Тази честота в проведения експеримент е 10 Hz, а препоръчаната според ISO 9950 е 20 Hz.

Табл.2 Характеристики на охлаждащата способност на референтно масло за закаляване
Bellini FNT

	Време до достигане на температура (s)			Скорост на охлаждане (°C/s)		Температура при Vmax (°C)
	600 °C	400 °C	200 °C	при 300 °C	Max.	
Разсейване на характеристиката според IVF*	5.7 – 7.7	10.7 – 12.7	50.9 – 55.9	4.2 – 6.2	90 – 96	612 – 652
Характеристики по сертификат	6.7	11.7	53.4	5.2	93	632
Осреднени експериментално определени характеристики	6.65	11.4	51.5	5.4	83	618
Отговарящи по сертификат	V	V	V	V	X	V
Разлика	0.05	0.3	1.9	0.2	10	14

*разсейване на характеристиката според RISE IVF установена след изпитване през дълъг период от време

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Резултатите от проведените експерименти показват добро съвпадение на характеристиките на охлаждащата способност с тези по сертификат. Това показва, че замяната на INCONEL 600 с X5CrNi18-10 е възможна, като получаваните резултати за охлаждащата способност отговарят на изискванията на ISO 9950. Предстои допълнителна работа по изясняване на причините за регистрирането на по-ниска максимална скорост на охлаждане, което най-вероятно се дължи на неизпълнение на изискването за честота на записване на дискретните стойности подавани от аналогово-цифровия преобразувател.

БЛАГОДАРНОСТИ

Докладът отразява резултати от работата по проект No 2023 - МТФ - 01, финансиран от фонд „Научни изследвания“ на Русенския университет.

REFERENCES

ASTM D 6200-01 Standard Test Method for Determination of Cooling Characteristics of Quench Oils by Cooling Curve Analysis.

ASTM D 6482-01 Standard Test Method for Determination of Cooling Characteristics of Aqueous Polymer Quenchants by Cooling Curve Analysis with Agitation (Tensi Method).

Danev, I., Radev, R., & Gospodinov, D., (2022) Influence of heat transfer coefficient on the end-quench test simulation. *Proceedings of University of Ruse*, volume 6, book 2.1, 12-19.

Draganov I., Y. Angelov, S. Mileva, (2018) Overview of the Feasibility of Simulating Welding Processes Using the Finite Element Method. *University of Ruse, Proceedings, Volume 57, book 2.1, Mechanical Engineering and Machine-Building Technologies*, pp. 18-23, ISBN 1311-3321.

ISO 9950:1995 Industrial quenching oils — Determination of cooling characteristics — Nickel-alloy probe test method.

Lauralice, C. F. Canale, Xinmin Luo, Xin Yao, G. E. Totten (2009), Quenchant Characterization by Cooling Curve Analysis. *Journal of ASTM International*, 6(2), 1-29.

Liščić, B. & Singer, S. (2014). Calculation of the Heat Transfer Coefficient Based on Experiments by the Liscic Probes, *Comprehensive Materials Processing*, Vol. 12, 123-176.

Ma, Sh. (2002) Characterization of the performance of mineral oil based quenchants using CHTE Quench Probe System, Master Thesis, Worcester Polytechnic Institute.

Mileva S., Y. Angelov, I. Draganov. (2020) Determination of Residual Strain in MAG Welding of a Large Structure. *Proceedings of University of Ruse – 2020, Volume 59, book 2.1, Mechanical Engineering and Machine-Building Technologies*, pp. 19-26, ISSN 1311-3321.

Rowolt, Ch., Milkereit, B., Andrezza, Ph., Kessler, O. (2019). Quantitative high temperature calorimetry on precipitation in steel and nickel alloys. *Thermochimica Acta*, 667, 169-179.

https://www.lucefin.com/wp-content/files_mf/1.4301en.pdf

https://www.linseis.com/en/applications/metals-alloys-industry/lfa-1000-inconel-600-thermal-diffusivity-thermal-conductivity/?gclid=CjwKCAjwyNSoBhA9EiwA5aYlb3PoghwX2P-vQAAvNYneFPOuXXNPJNp3zpO2F177VesMlSMAj4PBPRoCqdQQA_vD_BwE