

Ispitivanje utjecaja kemijskog sastava ulja za kaljenje na sposobnost ohlađivanja

Jurišić, Darijo

Undergraduate thesis / Završni rad

2020

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:205400>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-05-12**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Darijo Jurišić

Zagreb, 2020.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mentor:

Prof. dr. sc. Božidar Matijević

Student:

Darijo Jurišić

Zagreb, 2020.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se prof. dr. sc. Božidaru Matijeviću na izvrsnoj suradnji te pruženoj pomoći prilikom izrade ovog rada. Isto tako zahvaljujem se svojoj obitelji i djevojci na bezrezervnoj podršci i strpljenju tijekom studija.

Darijo Jurišić



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Darijo Jurišić** Mat. br.: 0035206521

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Ispitivanje utjecaja kemijskog sastava ulja za kaljenje na sposobnost ohlađivanja**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Investigation of chemical composition of quenching oil on cooling properties**

Opis zadatka:

Različite vrste ulja se između ostalog koriste kao medij za ohlađivanje u procesu kaljenja. Brzina ohlađivanja kod ulja se može mijenjati zbog različitih utjecaja kao što su: kemijski sastav ulja, temperatur ulja, promjena brzine gibanja ulja, namjerno davanje vode u ulja te promjenom svojstava tijekom eksploatacije. U Laboratoriju za toplinsku obradu nalaze se različiti uređaji za ohlađivanje prilikom gašenja u kojima se mogu primjenjivati kako različita sredstva za gašenje tako i mijenjati uvjete rada tih sredstava (brzinu gibanja, temperaturu, ...). Jedan od važih parametara je kemijski sastav ulja za kaljenje. U završnom radu potrebno je opisati ulja za kaljenje te primjenom standardizirane laboratorijske metode za određivanje brzine gašenja odrediti promjenu sposobnosti ohlađivanja ulja različitog kemijskog sastava ulja.

Zadatak zadan:
28. studenog 2019.

Datum predaje rada:
1. rok: 21. veljače 2020.
2. rok (izvanredni): 1. srpnja 2020.
3. rok: 17. rujna 2020.

Predviđeni datumi obrane:
1. rok: 24.2. – 28.2.2020.
2. rok (izvanredni): 3.7.2020.
3. rok: 21.9. - 25.9.2020.

Zadatak zadao:

Prof. dr. sc. Božidar Matijević

Prof. dr. sc. Branko Bauer

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	II
POPIS TABLICA.....	III
POPIS OZNAKA	IV
SAŽETAK.....	V
SUMMARY	VI
1. UVOD.....	1
2. OPĆENITO O TOPLINSKOJ OBRADI.....	2
3. KALJENJE ČELIKA.....	4
4. GAŠENJE	6
4.1. TTT dijagrami	7
4.1.1. Kontinuirani TTT dijagrami.....	8
4.1.2. Izotermički TTT dijagrami.....	10
4.2. Izbor sredstva za gašenje.....	12
4.2.1. Ulja za kaljenje.....	15
4.2.1.1. Analiza djelovanja ulja za kaljenje	17
4.2.1.2. Dijagnostika stanja ulja za kaljenje.....	19
5. EKSPERIMENTALNI DIO	21
5.1. Opis ispitivanja.....	21
5.2. Ispitivana ulja	24
5.3. Rezultati ispitivanja.....	25
6. ZAKLJUČAK.....	32
LITERATURA.....	33
PRILOZI.....	34

POPIS SLIKA

Slika 1. Dijagramski prikaz postupka toplinske obrade [3]	3
Slika 2. „Idealizirana“ krivulja gašenja u dijagramu TTT (kvalitativno) [2]	6
Slika 3. Konstrukcija TTT dijagrama [1]	7
Slika 4. Kontinuirani TTT dijagram eutektoidnog ugljičnog čelika [1]	8
Slika 5. Kontinuirani TTT dijagram nadeutektoidnog ugljičnog čelika [1]	9
Slika 6. Izotermički TTT dijagram podeutektoidnog ugljičnog čelika [1]	10
Slika 7. Faze ohlađivanja obratka u sredstvu koje podliježe pojavi nastanka parnog omotača [6]	13
Slika 8. Šarža prijenosnih osovina kamiona [9]	16
Slika 9. Primjer laboratorija za ICP spektroskopiju [12]	18
Slika 10. Shematski prikaz temperature mjerne probe za ispitivanje krivulja ohlađivanja prema normi ISO 9950 [6]	21
Slika 11. IVF Smart Quench sustav za mjerenje pri ispitivanju krivulja ohlađivanja prema normi ISO 9950 [10]	22
Slika 12. Karakterističan izgled krivulje ohlađivanja (a) ulja za kaljenje i iz nje izračunate krivulje brzine ohlađivanja (b) s označenim fazama ohlađivanja	23
Slika 13. Krivulja ohlađivanja (temperatura-vrijeme) i krivulja brzine ohlađivanja (brzina ohlađivanja-temperatura) ispitnog uzorka ulja za kaljenje oznake LAB305-80 °C	26
Slika 14. Krivulja ohlađivanja (temperatura-vrijeme) i krivulja brzine ohlađivanja (brzina ohlađivanja-temperatura) ispitnog uzorka ulja za kaljenje oznake LAB306-80 °C	27
Slika 15. Krivulja ohlađivanja (temperatura-vrijeme) i krivulja brzine ohlađivanja (brzina ohlađivanja-temperatura) ispitnog uzorka ulja za kaljenje oznake LAB307-80 °C	28
Slika 16. Krivulja ohlađivanja (temperatura-vrijeme) i krivulja brzine ohlađivanja (brzina ohlađivanja-temperatura) ispitnog uzorka ulja za kaljenje oznake LAB308-80 °C	29
Slika 17. Krivulja ohlađivanja (temperatura-vrijeme) i krivulja brzine ohlađivanja (brzina ohlađivanja-temperatura) ispitnog uzorka ulja za kaljenje oznake LAB309-80 °C	30
Slika 18. Krivulja ohlađivanja (temperatura-vrijeme) i krivulja brzine ohlađivanja (brzina ohlađivanja-temperatura) ispitnog uzorka ulja za kaljenje oznake LAB3010-80 °C	31

POPIS TABLICA

Tablica 1. Najčešći problemi koji se javljaju pri radu s uljima za toplinsku obradu metala [11]	19
Tablica 2. Popis korištenih oznaka s objašnjenjem.....	23
Tablica 3. Ispitivana ulja	24
Tablica 4. Izmjereni parametri ohlađivanja za LAB305-80 °C	26
Tablica 5. Izmjereni parametri ohlađivanja za LAB306-80 °C	27
Tablica 6. Izmjereni parametri ohlađivanja za LAB307-80 °C	28
Tablica 7. Izmjereni parametri ohlađivanja za LAB308-80 °C	29
Tablica 8. Izmjereni parametri ohlađivanja za LAB309-80 °C	30
Tablica 9. Izmjereni parametri ohlađivanja za LAB310-80 °C	31

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
Ø	m	promjer
θ	°C	temperatura
θ _a	°C	temperatura austenitizacije
θ _{iz}	°C	temperatura izotermičke pretvorbe
θ _{t.o.}	°C	temperatura toplinske obrade
A ₁	°C	točka pretvorbe
A ₃	°C	točka pretvorbe
A		austenit
A _p		pothlađeni austenit
B		bainit
F		ferit
K		karbid
K [“]		karbid sekundarni
M		martenzit
M _s	°C	temperatura početka martenzitne pretvorbe
M _f	°C	temperatura završetka martenzitne pretvorbe
P		perlit
T	K	apsolutna temperatura
ΔT	K	promjena (apsolutne) temperature
t	s	vrijeme
Δt	s	promjena vremena
t _a	s	vrijeme austenitizacije

SAŽETAK

U radu je opisan postupak kaljenja, kao jedan od najbitnijih postupaka za značajnije povećanje čvrstoće (tvrdoće) obrađivanog komada. U radu se prolazi kroz sve faze kaljenja te se poseban naglasak stavlja na odabir sredstva za gašenje, koje utječe na dobivenu mikrostrukturu nakon kaljenja te na mogućnost pojave pukotina i deformacija uslijed velikih zaostalih toplinskih naprezanja. Kao jedno od najpogodnijih te isto tako najkorištenijih medija, detaljno se opisuje ulje za kaljenje. Naglašava se kako je izuzetno bitno odabrati odgovarajuće ulje te analizirati karakteristike njegovog djelovanja. U eksperimentalnom dijelu rada prati se proces ohlađivanja odabranih uzoraka ulja za kaljenje. U svrhu ispitivanja svojstava medija za ohlađivanje koristi se metalna proba izrađena od legure Inconel 600 po normi ISO 9950. Ispitivanje je provedeno na 6 različitih ispitnih uzoraka ulja oznake: LAB305/19, LAB306/19, LAB307/19, LAB308/19, LAB309/19 i LAB310/19.

Ključne riječi: kaljenje, gašenje, ulja za kaljenje.

SUMMARY

In this work the process of quenching, which is one of the most important processes for substantial hardening of treated pieces, is described. This work goes through all stages of quenching emphasizing the selection of media for quenching which affect the acquired microstructure after quenching and the possibility of cracking and deformation due to big residual heat stresses. One of the most suitable and also most used media is quenching oil, which is described in detail. The importance of selecting the appropriate oil is emphasized as well as analysing the characteristics of its influence. The experimental part of this work follows the process of cooling of the selected samples of quenching oils. For testing of the medium's characteristics, a metal probe made of Inconel 600 alloy by the ISO 9950 norm is used. The experiment is conducted on 6 different oil test samples designated: LAB305/19, LAB306/19, LAB307/19, LAB308/19, LAB309/19 and LAB310/19.

Key words: quenching, cooling, quenching oils.

1. UVOD

Čisti metali imaju relativno nisku mehaničku otpornost (npr. čvrstoću) pa se zato rijetko koriste u mehaničkim konstrukcijama (općenito bilo kakvom vidu primjene). Zbog toga se primjenjuju metalni materijali u obliku legura (slitina), koje zahvaljujući promjenama mikrostrukture postižu znatno viša mehanička svojstva. Za postizanje tog cilja primjenjuju se različiti mehanizmi očvršćivanja kao što su: kristali mješanci, dvojne faze, očvršćivanje deformacijom... Unatoč zamjetnom povećanju čvrstoće navedenim mehanizmima, ono je ipak ograničeno. Znatnije povećanje čvrstoće postiže se postupcima toplinske obrade kojima se bitno mijenja mikrostruktura materijala. Pri tome nastaju i novi mikrostrukturni oblici različiti od onih u pripadnim ravnotežnim stanjima. Jedan od najvažnijih postupaka toplinske obrade je kaljenje na koje izuzetan utjecaj ima sredstvo u kojem se provodi gašenje (zadnja faza kaljenja).

2. OPĆENITO O TOPLINSKOJ OBRADI

Toplinska obrada je postupak u kojem se predmet namjerno podvrgava temperaturno-vremenskim ciklusima kako bi se postigla željena mikrostruktura, a time i željena (mehanička, fizikalna, kemijska) svojstva. Sve to se provodi s ciljem postizanja svojstava kakva niti jedan materijal ne posjeduje u svom „prirodnom stanju“, a nužno su neophodna za daljnju primjenu određenog materijala.

Temeljni su parametri postupka toplinske obrade:

- temperatura, $T(K)$, $\vartheta(^{\circ}C)$,
- trajanje (vrijeme), $t(s, \text{min}, h)$.

Iz spomenutih osnovnih parametara izvodi se parametar:

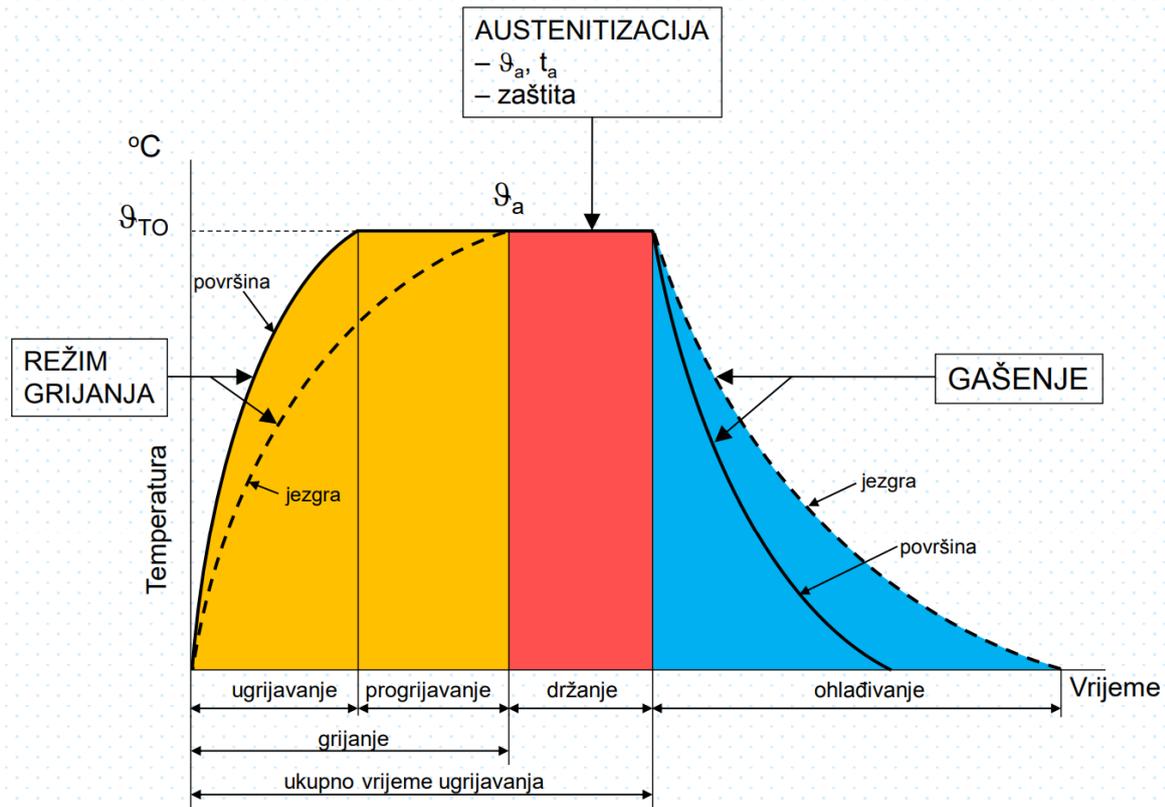
$$\Delta T/\Delta t = v (^{\circ}C/s, ^{\circ}C/\text{min}, ^{\circ}C/h)$$

$$(\text{ili } K/s, K/\text{min}, K/h)$$

koji se naziva brzinom ohlađivanja (odnosno ugrijavanja) [1].

Važno je još napomenuti da trajanje nije beskonačno, nego strogo određeno s obzirom na to kakva se struktura želi postići. Struktura nam je iznimno bitna zbog toga što svojstva materijala direktno proizlaze iz njegove strukture.

S pomoću osnovnih parametara toplinske obrade: temperature i vremena (T ili ϑ i t) te ranije izvedenog parametra brzine ohlađivanja (v) može se grafički prikazati svaki postupak toplinske obrade u tzv. dijagramu postupka, prikazanom na slici 1.:



Slika 1. Dijagramski prikaz postupka toplinske obrade [3]

Navedene veličine na slici 1 znače [1]:

- θ_a ... temperatura austenitizacije (u ovom slučaju temperatura toplinske obrade)
- $\theta_{T.O.}$... temperatura toplinske obrade (općenito)
- ugrijavanje ... trajanje do časa kada površinski slojevi postignu $\theta_{T.O.}$
- progrijavanje ... odsječak vremena (trajanja) od časa ugrijavanja površine do časa kada i slojevi jezgre postignu $\theta_{T.O.}$, tj. kada je po presjeku $\theta = \text{konst.}$
- grijanje ... suma trajanja ugrijavanja i progrijavanja
- držanje ... trajanje boravka predmeta na $\theta_{T.O.}$ od časa kada je on progrijan do časa početka ohlađivanja
- ohlađivanje ... trajanje snižavanja temperature predmeta sve dok slojevi jezgre ne dostignu zadanu temperaturu, tj. izjednače je s temperaturom površinskih slojeva i okoliša.

3. KALJENJE ČELIKA

Jedan od najvažnijih postupaka toplinske obrade je upravo kaljenje. Ključan faktor u postizanju što više tvrdoće na površini predmeta (zakaljivanje) te što jednoličnije tvrdoće po presjeku predmeta (prokaljivanje). Kaljenje se sastoji od više povezanih postupaka, odnosno od ugrijavanja čelika na temperaturu austenitizacije (austenitno područje) zato što martenzit (struktura koja se želi postići) može nastati samo i jedino iz austenita. Nakon ugrijavanja slijedi držanje na temperaturi austenitizacije, kako bi se cijeli volumen predmeta doveo na temperaturu austenitizacije (površina i jezgra se ne zagriju jednako brzo). Nakon što je postignuta željena temperatura u cijelom predmetu intenzivno (nadkritično) se gasi predmet kako bi se postigla željena 100% martenzitna struktura. Kod gašenja je vrlo bitan izbor sredstva za gašenje (voda, ulje, zrak) te kemijski sastav odabranog sredstva. Temeljem toga u nastavku ovog rada, provode se ispitivanja i usporedbe različitih ulja za kaljenje i njihovog utjecaja na konačno dobiveni proizvod.

Sam postupak kaljenja fizički se temelji na [1]:

- sposobnosti γ -Fe da rastvori veće udjele ugljika (teorijski najviše 2,03 %C pri 1147 °C), tj. da nastane austenit (A),
- sposobnosti austenita da se pohladi, tj. da zadrži ugljik u čvrstoj otopini sve do temperature preklopa A_p/M (tj. do temperature početka pretvorbe austenita u martenzit, tj. M_s -temperature).

Prema tome, uvjeti zakaljivanja čelika su sljedeći [1]:

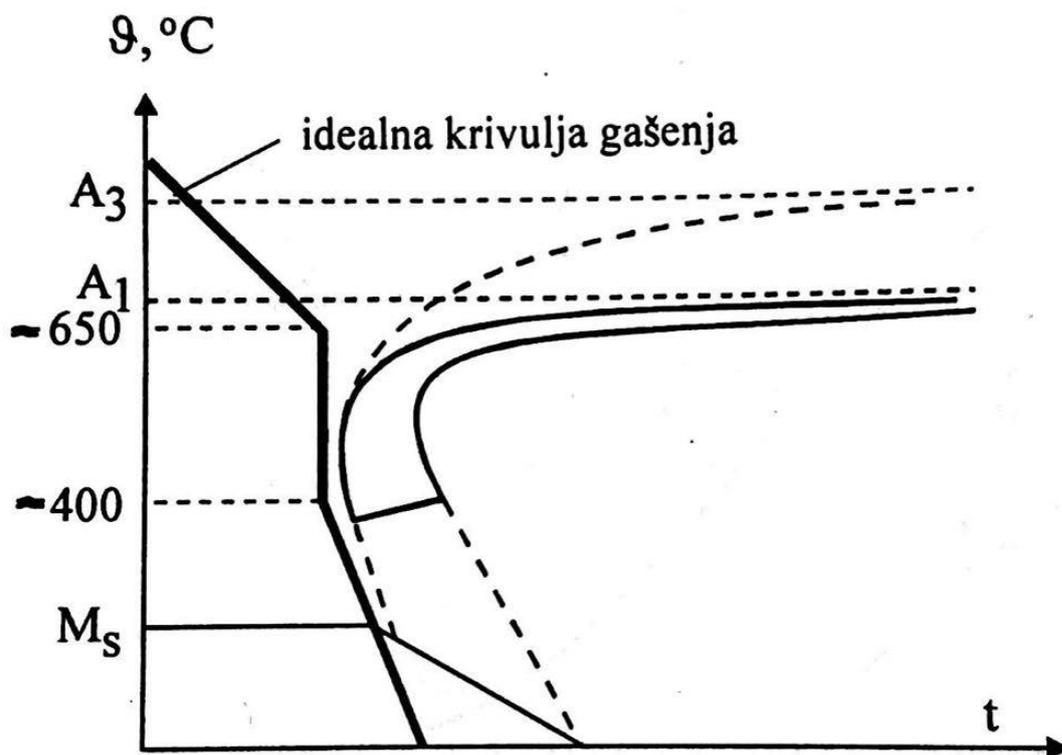
1. Postojanje transformacije ferita u austenit, (F/A). Neki visokolegirani čelici nemaju mogućnost ove transformacije, pa se zato i ne daju zakaliti.
2. Čelik mora sadržavati dovoljno visok sadržaj ugljika (kako bi dovoljan broj FCC-rešetaka primio atom ugljika pa se konvencionalno zakaljivim čelicima smatraju oni koji sadrže $\geq 0,35$ %C).
3. Čelik treba ugrijati u austenitno područje (monofazno ili bifazno), jer martenzit može nastati samo od austenita.

4. Austenitizirani čelik treba dovoljno brzo hladiti („gasiti“) kako bi se spriječila difuzija ugljikovih atoma iz austenitne rešetke i omogućilo prisilno zadržavanje atoma ugljika u novonastaloj tetragonalnoj (martenzitnoj) rešetci (preklopna transformacija).

4. GAŠENJE

Gašenje predstavlja naglo odvođenje topline (npr. voda će ugasiti vatru objekta jer će vrlo brzo odvesti toplinu plamena i time sniziti temperaturu ispod plamišta, toplina austenitiziranog predmeta vrlo brzo će se odvesti u sredstvo za gašenje), kako bi se izazvalo dovoljno pothlađivanje da bi se od A preklpom stvorio M.

Na sl. 2 prikazana je (u kontinuiranom TTT) shematizirana (idealna) krivulja gašenja.



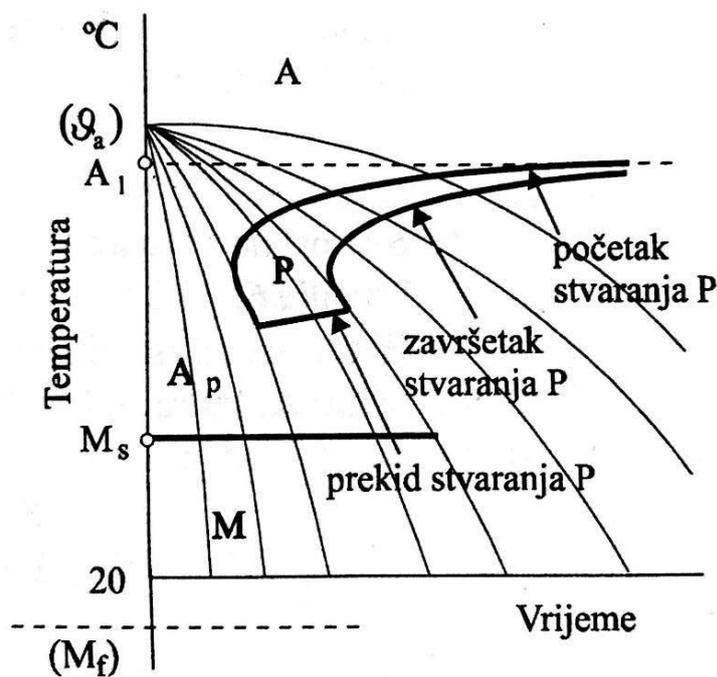
Slika 2. „Idealizirana“ krivulja gašenja u dijagramu TTT (kvalitativno) [2]

Kritični momenti gašenja su pri temperaturi 650...400 °C kada bi zbog najmanjeg trajanja inkubacije krivulja gašenja mogla „udariti“ u pretvorbene krivulje. U ostalim područjima brzina hlađenja ne bi morala biti velika, jer postoji opasnost toplinskih napetosti, što osobito vrijedi za područje ispod M_s .

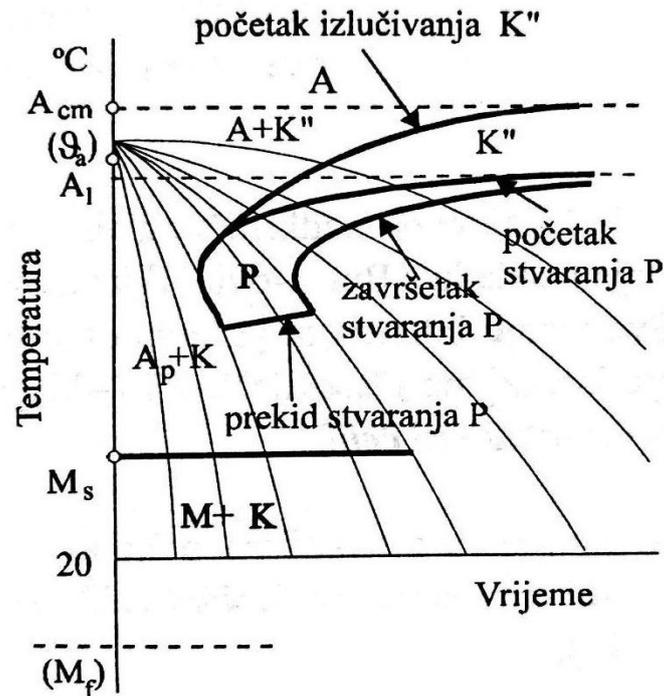
4.1.1. Kontinuirani TTT dijagrami

Ovaj tip TTT dijagrama služi samo za praćenje promjena mikrostrukture pri neprekidnom („kontinuiranom“) ohlađivanju. Zato se ovaj tip dijagrama naziva kontinuirani (za razliku od „izotermičkog“, poglavlje 4.1.2.). Važno je još napomenuti kako svi TTT dijagrami (izotermički i kontinuirani) vrijede samo za praćenje pojava pri ohlađivanju (brzom ili sporom), ali nikako ne za praćenje pojava pri ugrijavanju [2].

Na slici 4. i 5. prikazani su kontinuirani TTT dijagrami za različite tipove čelika, odnosno eutektoidnog ugljičnog čelika i nadeutektoidnog ugljičnog čelika (dok je TTT dijagram prikazan nešto ranije na slici 3.)



Slika 4. Kontinuirani TTT dijagram eutektoidnog ugljičnog čelika [1]



Slika 5. Kontinuirani TTT dijagram nadeutektoidnog ugljičnog čelika [1]

Na obje navedene slike imamo krivulje koje predstavljaju neke od mogućih primjera brzine gašenja.

Sve manje intenzivna gašenja daju tvrdoće koje su tim niže, što je ohlađivanje manje intenzivno („sporije“). Shodno tome veći intenzitet gašenja daje više tvrdoće predmeta koji se obrađuje.

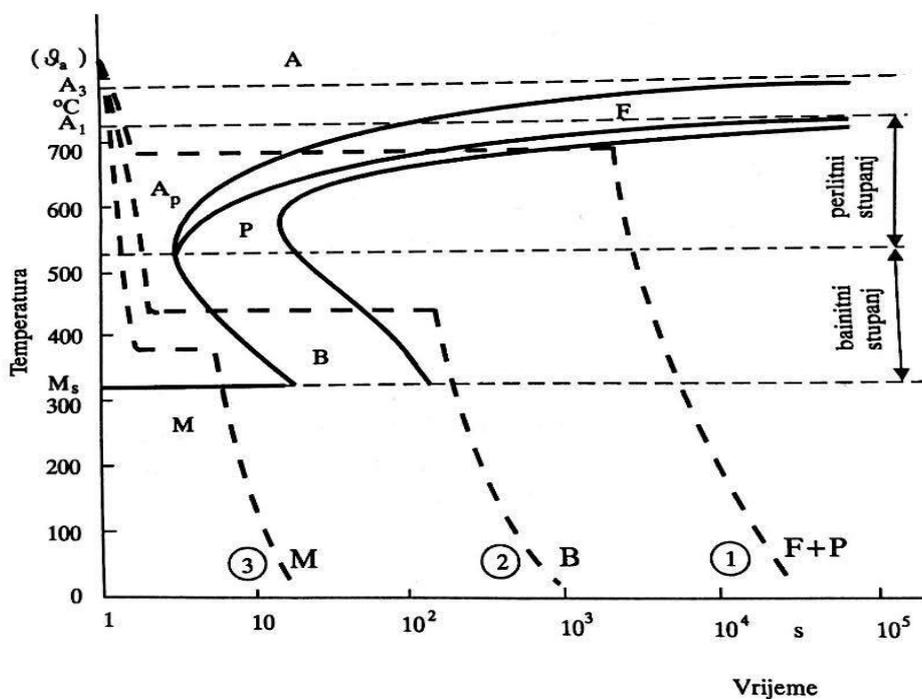
4.1.2. Izotermički TTT dijagrami

Dok nas kontinuirani TTT dijagrami informiraju o strukturnim transformacijama zadanog čelika u uvjetima kontinuiranog ohlađivanja s temperature austenitizacije na sobnu temperaturu (oko 20 °C), izotermički TTT dijagrami nam pokazuju kako se austenit može transformirati i izotermički, odnosno ako ga što brže pothladimo na neku temperaturu izotermičke pretvorbe (ϑ_{iz}), pri čemu temperatura izotermičke pretvorbe treba biti ispod temperature pretvorbe A_1 , ali iznad temperature M_s . Ako je trajanje držanja (t_{iz}) na temperaturi izotermičke pretvorbe (ϑ_{iz}) dovoljno dugo, doći će do izotermičke transformacije pothlađenog austenita.

Glavnu razliku između kontinuiranih i izotermičkih TTT dijagrama predstavljaju [1]:

- način očitavanja pretvorbi mikrostrukture i postignutih tvrdoća,
- kvantitativni podaci trajanja i temperature pretvorbi.

Primjer izotermičkog TTT dijagrama s nekim tipičnim postupcima toplinske obrade čelika prikazan je na slici 6.



Slika 6. Izotermički TTT dijagram podeutektoidnog ugljičnog čelika [1]

Crtkano prikazanje krivulje 1, 2 i 3 na slici 6. prikazuju neke tipične postupke izotermičke toplinske obrade čelika, koji se prate ovom vrstom TTT dijagrama:

- 1 ... izotermičko žarenje,
- 2 ... izotermičko poboljšavanje (obrada na bainit, „austempering“),
- 3 ... gašenje u toploj kupki („martempering“).

Glavna kvantitativna razlika u podacima koje daju TTT dijagrami jest u trajanjima inkubacije. Trajanje inkubacije pothlađenog austenita kraća su u izotermičkim TTT dijagramima nego u kontinuiranim jednog te istog sastava čelika [1]. Najveća prednost izotermičkog postupka je ta što daje puno manje deformacije oblika naspram kontinuiranog gašenja.

4.2. Izbor sredstva za gašenje

U praksi toplinske obrade upotrebljavaju se različita sredstva za gašenje kod kaljenja i sličnih postupaka, koja se međusobno bitno razlikuju po svojim fizikalno-kemijskim svojstvima i intenzitetu odvođenja topline s površine obradnog predmeta [4].

Prema temperaturi vrenja sredstva za gašenje se mogu podijeliti u tri grupe [5]:

- Sredstva s vrelištem ispod temperature austenitizacije čelika (sredstva podložna Leidenfrostovom fenomenu):
 - voda,
 - vodene otopine anorganskih ili organskih tvari (npr. otopine polimera),
 - ulje za kaljenje,
 - emulzije (otopine ulja i vode).
- Sredstva s vrelištem iznad temperature austenitizacije čelika (sredstva koja ne podliježu Leidenfrostovom fenomenu):
 - rastaljene soli,
 - rastaljeni metali.
- Tehnički plinovi i vakuum (sredstva koja ne podliježu Leidenfrostovom fenomenu):
 - zrak (mirni, komprimirani),
 - inertni plinovi: dušik, helij, argon,
 - fluidizirane čestice.

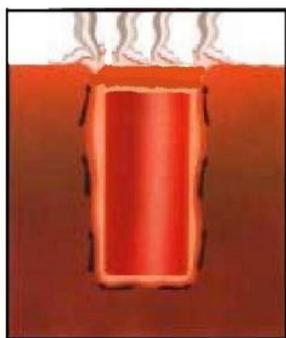
Kod druge i treće grupe u temperaturnom području upotrebe nema promjene agregatnog stanja. Odvođenje topline obavlja se putem provođenja i kondukcije. Kod prve grupe nastupaju promjene agregatnog stanja i odlučujuće karakteriziraju svojstva sredstva za gašenje; odvođenje topline s površine predmeta zasniva se u velikoj mjeri na isparavanju sredstva za gašenje. Krivulje brzina hlađenja (gašenja) ovih sredstava imaju svoj maksimum.

Kod sredstva za kaljenje, koja pripadaju toj prvoj grupi, zapažaju se tri pojave za vrijeme gašenja predmeta kod kaljenja:

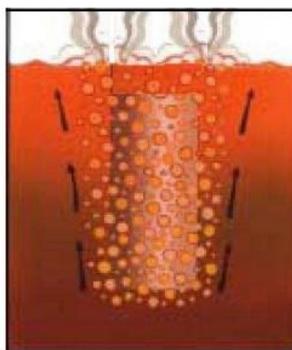
- pojava stvaranja parnog omotača oko ugrijanog predmeta (tzv. Leidenfrost-ov fenomen). Ova pojava je najnepovoljnija jer parni omotač predstavlja izolacijski sloj, koji ometa hlađenje,
- pojava stvaranja parnih mjehurića odnosno pojava vrenja tekućeg sredstva. Ova pojava povezana je s jakim strujanjem i odvođenjem topline,
- pojava hlađenja sredstva za kaljenje uslijed konvekcije. Ova pojava nastaje kada se površina predmeta ohladi ispod točke vrelišta sredstva za kaljenje.

Prilikom uranjanja vrućeg obratka u sredstvo koje podliježe stvaranju parnog omotača ohlađivanje se odvija u tri faze. To su: a) faza parnog omotača, b) faza vrenja i c) faza konvekcije kao što je shematski prikazano na slici 7.

a-faza parnog omotača



b-faza vrenja



c-faza konvekcije



Slika 7. Faze ohlađivanja obratka u sredstvu koje podliježe pojavi nastanka parnog omotača [6]

Faza parnog omotača (a) nastaje odmah prilikom uranjanja vrućeg obratka u sredstvo. Kod visoke temperature obratka formira se parni omotač koji djeluje kao izolator sprječavajući kontakt sredstva za gašenje i metalne površine. Parni sloj ima niski koeficijent toplinske vodljivosti što ima za posljedicu nisku brzinu ohlađivanja. Trajanje ove faze ovisi prije svega o sastavu sredstva za gašenje.

Padom temperature obratka ovisno o sredstvu za gašenje i geometriji komada parni omotač postaje nestabilan i nestaje dopuštajući sredstvu da dođe u kontakt s površinom obratka. U fazi vrenja (b) burno vrenje tekućine brzo odvodi toplinu, a hladnija tekućina dolazi do površine. Toplina se ubrzano odvodi s površine obratka. U ovoj fazi ohlađivanja postiže se maksimalna brzina gašenja a snižavanjem temperature vrenje se smanjuje. U zadnjoj fazi ohlađivanja (c) kada temperatura obratka padne ispod vrelišta sredstva za gašenje, toplina se odvodi samo konvekcijom na sredstvo za gašenje. Zbog toga se ohlađivanje u ovoj fazi može značajno povećati cirkulacijom sredstva za gašenje [6].

4.2.1. Ulja za kaljenje

Ulja spadaju među veoma važna sredstva za kaljenje te pored vode, najčešće se primjenjuju u praksi. Da bi se neki čelik mogao zakaliti potrebno ga je s odgovarajuće temperature austenitizacije ohladiti dovoljno brzo da nakon kaljenja dobijemo strukturu 100 % mase martenzita. Pri izboru sredstva za gašenje nastoji se odabrati ono „najblaže“ sredstvo koje će još uvijek dati dovoljnu brzinu ohlađivanja tj. brzinu ohlađivanja veću ili jednaku gornjoj kritičnoj brzini gašenja za odgovarajuću kvalitetu čelika. Pravilnim izborom odgovarajućeg sredstva za gašenje smanjuje se opasnost od nastajanja napetosti i eventualnih pukotina, a deformacije komada su manje. Kod primjene ulja za gašenje potrebno je nakon kaljenja provesti naknadno pranje dijelova što se može olakšati primjenom različitih aditiva [7]. Dodavanjem aditiva uljima za gašenje mijenja se sposobnost ohlađivanja na što je potrebno obratiti pozornost.

Bazna ulja za gašenje prvenstveno se dijele na: mineralna, sintetička i prirodna ulja. Navedena ulja mogu biti primijenjena odvojeno ili međusobno u kombinaciji. Daljnja podjela ulja za gašenje [8]:

- Prirodna ulja:
 - repičino,
 - suncokretovo,
 - laneno.
- Sintetska ulja:
 - svijetla ulja za gašenje,
 - ulja za intenzivno gašenje,
 - ulja za izotermičko gašenje,
 - biorazgradiva ulja,
 - lako-ispariva ulja,
 - ulja za gašenje u vakuumu.

U početku „kalioničke“ prakse dugo vremena za kaljenje korišteno je gotovo isključivo repičino ulje. Kasnije se počinje s primjenom raznih vrsta mineralnih ulja, kojima se ponekad dodaju male količine masnih ulja.

Moderna tehnologija kaljenja je uzrokovala razvoj ulja, koja odgovaraju novim uvjetima: zahtjev za olakšano pranje dijelova poslije kaljenja. U tu svrhu dodaje se uljima poseban dodatak – emulgator; ovo su emulgirana ulja. Dijelovi kaljeni u ovakvim uljima poslije kaljenja se mogu prati u hladnoj, a bolje u toploj vodi, uronjavanjem ili polijevanjem. Postoji mogućnost dodavanja emulgatora i u one uljne kupke koje toga dodatka još nemaju.

U ulju za kaljenje smije biti vode najviše 0,5 % (neki izvori navode čak 0,2 %). Nekontrolirano prisustvo vode u uljnoj kupki može biti veoma opasno. Prilikom jačeg progrijavanja kupke može doći do neočekivanog ključanja, eksplozije i izbacivanja veće količine ulja iz bazena zbog iznenadnog stvaranja velike količine vodene pare. Jačom cirkulacijom toga ulja smanjuje se opasnost od ovakve eksplozije. Voda se iz ulja odstranjuje laganim zagrijavanjem uljne kupke iznad 100 °C.

Primjer primjene ulja za gašenje su prijenosne osovine kamiona (slika 8) gašene u ulju zbog postizanja određenih svojstava. Tvrdća jezgre od 25 HRC postiže se gašenjem u ulju temperature 90 °C. Razvijena efektivna dubina kućišta iznosi 1,2 mm te se postiže moguća nosivost opterećenja u iznosu od 450 kg.



Slika 8. Šarža prijenosnih osovina kamiona [9]

4.2.1.1. Analiza djelovanja ulja za kaljenje

Ulje se često analizira kako bi se utvrdile njegove karakteristike djelovanja. Laboratoriji za ispitivanja izdaju izvještaje koji sadrže podatke o različitim svojstvima karakterističnim za određena ulja. Ispod je naveden popis različitih postupaka ispitivanja te uvid u značenje dobivenih rezultata [9];

- **Viskoznost**

Viskoznost ulja direktno utječe na izvedbu gašenja. Zbog razgradnje (stvaranja mulja), viskoznost ulja se mijenja s vremenom. Potrebno je uzeti uzorke te analizirati onečišćenja i promjenu viskoznosti u odnosu na vrijeme pomoću kontrolnog parametra procesa, kao što je tvrdoća dijela.

- **Sadržaj vode**

Voda uslijed onečišćenja ili istrošenosti ulja, može uzrokovati „mekanim“ mjestima, neujednačenom tvrdoćom i možda najgore od svega uzrokovati požar!

- **Plamište**

Plamište predstavlja najnižu temperaturu ulja pri kojoj njegove pare tvore zapaljivu mješavinu sa zrakom. Minimalna temperatura paljena ulja trebala bi biti 90 °C iznad temperature pri kojoj se ulje koristi.

- **Broj neutralizacije**

Pri razgradnji ulje stvara kisele nusprodukte. Količina ovih nusprodukata može se odrediti kemijskom analizom. Najuobičajenija metoda je broj neutralizacije. Određuje se uspostavljanjem neto kiselosti u odnosu na poznatu standardnu bazu kao što je kalijev hidroksid (KOH). Taj broj je poznat kao „broj kiselosti“ te se zapisuje kao miligram KOH-a po gramu uzorka (mg/g).

- **Oksidacija**

Oksidacija se otkriva infracrvenom spektroskopijom. Nastaje izlaganjem ulja za gašenje kisiku.

- **Kontaminacija**

Mulj je jedan od najvećih problema s kojim se susrećemo pri uporabi ulja za gašenje.

Problem nastaje u tome što bez obzira na to da analize govore kako se ulje koristi „unutar“ propisanih specifikacija, mulj može biti faktor koji uzrokuje neujednačen prijenos topline, povećane toplinske gradijente te povećano pucanje i iskrivljene predmeta. U nekim slučajevima uzrokuje čak i požar.

- **Učinkovitost aditiva**

Indukcijski spojena plazmena (ICP) spektroskopija jedna je od najčešćih metoda za analizu aditiva kod ulja za gašenje. Kada aditive (kao što su metalne soli) koristimo kod povećanja brzine gašenja, njihova efektivnost se vremenom može izgubiti zbog istrošenosti tj. starenja ulja. Njihova učinkovitost može se kvantificirati izvođenjem ICP spektroskopije (izravna analiza za metalne ione) te se mogu poduzeti kompenzacijske mjere poput dodavanja specifičnog postotka novog aditiva.



Slika 9. Primjer laboratorija za ICP spektroskopiju [12]

4.2.1.2. Dijagnostika stanja ulja za kaljenje

Veoma bitno za svako rashladno sredstvo je njegova primjena u praksi, odnosno poteškoće i problemi koji mogu nastati prilikom korištenja određenog sredstva (u ovom slučaju ulja). U tablici 1 prikazani su najčešći problemi koji se javljaju pri radu s uljima za toplinsku obradu metala (kaljenje) te uzrok pojavljivanja određenog problema i načini moguće intervencije.

Tablica 1. Najčešći problemi koji se javljaju pri radu s uljima za toplinsku obradu metala [11]

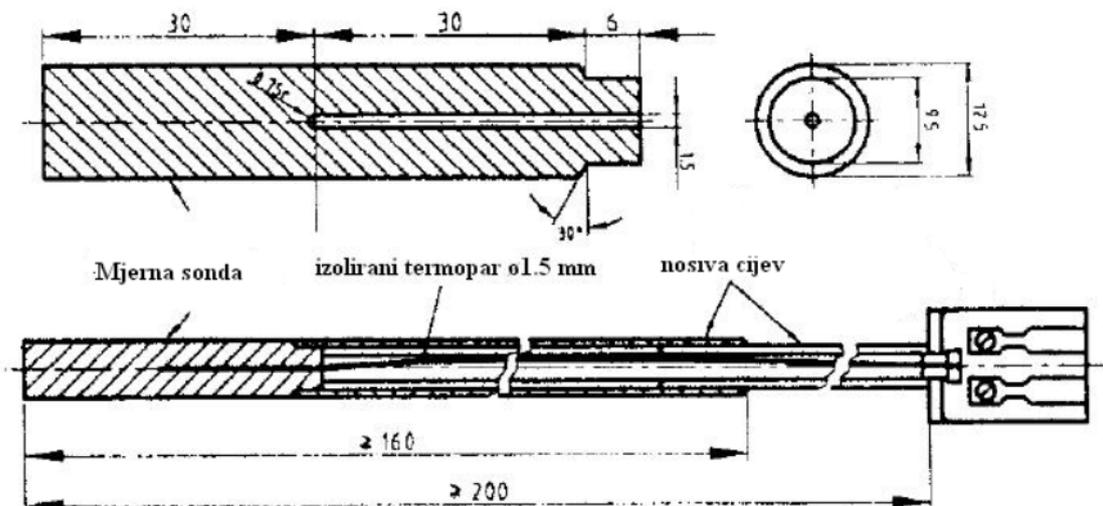
PROBLEMI	UZROK PROBLEMA	MOGUĆA INTERVENCIJA
Nedovoljna tvrdoća u vanjskim slojevima	Površinsko razugljičenje u prethodnim operacijama (kovanje, valjanje)	Žarenje. Ukloniti razugljičeni sloj te ponoviti toplinsku obradu
Komad nema potrebnu tvrdoću	Nedovoljna brzina kaljenja u fluidu ili njeno smanjenje u toku izvođenja operacije	Korigirati i kontrolirati brzinu kaljenja
	Povećana viskoznost ulja	Popraviti ga dodavanjem ulja nižeg viskoziteta
	Prodor vode u ulju ili zagađivanje uljem višeg viskoziteta	Pročistiti ulje filtriranjem i centrifugiranjem. Zamijeniti ulje ako je došlo do njegove degradacije
	Popuštanje na veoma visokoj temperaturi	Korigirati postupak popuštanja
Nedovoljna tvrdoća komada, osim na rubovima i kod malih presjeka	Veoma niska temperatura kaljenja	Žariti i ponoviti toplinsku obradu
Povećana potrošnja ulja	Povećana gustoća ulja, koje ima preveliko prijanjanje za	Popraviti ulje dodatkom ulja nižeg viskoziteta. U slučaju

	komad	degradacije ulje se mora zamijeniti.
Neujednačena tvrdoća. Deformacija i prskanje na prijelazima presjeka	Prebrzo i nepravilno kaljenje	Žarenje. Ponavljanje korigirane toplinske obrade (ako se radi o neujednačenoj tvrdoći)
	Prekasno popuštanje nakon kaljenja	Popuštanje treba provesti odmah nakon kaljenja
	Neravnomjerno uranjanje komada i nedovoljna ili nepostojeća cirkulacija	Ispravno uroniti komad
	Površinsko razugljičenje ili oksidacija	Skinuti razugljeničeni i ponoviti toplinsku obradu
Zapaljivost	Smanjenje točke paljenja ulja	Zamijeniti ulje u kadi
	Presporo uranjanje komada	Ubrzati operaciju
	Nedovoljna količina ulja u kadi	Povećati količinu ulja i kontrolirati temperaturu zagrijavanja
Formiranje vodene pare	Zagađivanje vodom	Ulje se mora filtrirati i centrifugirati. Ako je došlo do degradacije - mora se zamijeniti
Formiranje vodene pare ili plina	Razdvajanje međumolekulskih veza	Povećati količinu ulja. Kontrolirati temperaturu. U slučaju degradacije, ulje se mora zamijeniti
Prljavi komadi	Degradacija ulja zbog duge uporabe	Zamijeniti ulje
	Razdvajanje međumolekulskih veza	Laboratorijski ispitati ulje, popraviti ga ili potpuno zamijeniti

5. EKSPERIMENTALNI DIO

5.1. Opis ispitivanja

Za praćenje procesa ohlađivanja u svrhu ispitivanja svojstava medija za ohlađivanje koristi se metalna proba izrađena od legure Inconel 600. Norma ISO 9950 propisuje korištenje mjerne probe cilindričnog oblika dimenzija. U središte mjerne probe ugrađen je izolirani termoelement tipa K, promjera 1,5 mm (slika 10). Mjerna proba je sastavni dio mjerno analitičkog sustava IVF Smart Quench (slika 11).



Slika 10. Shematski prikaz temperature mjerne probe za ispitivanje krivulja ohlađivanja prema normi ISO 9950 [6]

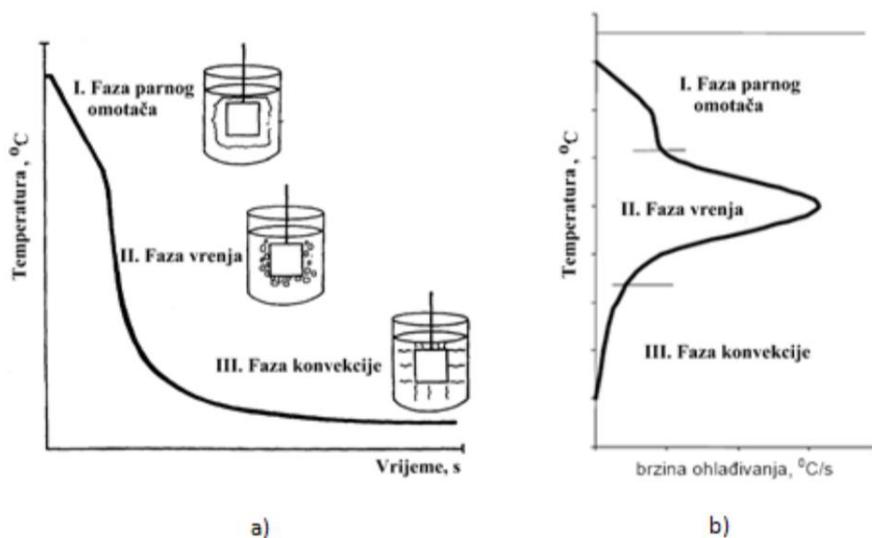


Slika 11. IVF Smart Quench sustav za mjerenje pri ispitivanju krivulja ohlađivanja prema normi ISO 9950 [10]

Provedba ispitivanja krivulja ohlađivanja sastoji se od faze ugrijavanja mjerne probe na temperaturu 855 °C i faze ohlađivanja probe u mirujućem sredstvu za ohlađivanje. Tijekom ohlađivanja elektronički mjerni sustav bilježi i pohranjuje iznose temperature u središtu mjerne probe izabranom frekvencijom uzorkovanja. Primjenom računalnog programa IVF SQ Integra iz snimljene krivulje ohlađivanja središta probe (slika 12.a) određuje se vrijeme ohlađivanja od 855 °C do 600 °C, 400 °C i 200 °C, izgled i vrijednosti krivulje brzine ohlađivanja (slika 12.b) te sljedeće karakteristične veličine ohlađivanja prikazane u tablici 2:

Tablica 2. Popis korištenih oznaka s objašnjenjem

OZNAKA	OPIS
CR300 [$^{\circ}\text{C}/\text{s}$]	brzina ohlađivanja pri 300°C
CR550 [$^{\circ}\text{C}/\text{s}$]	brzina ohlađivanja pri 550°C
CRMax [$^{\circ}\text{C}/\text{s}$]	maksimalna brzina ohlađivanja
T(CRMax) [$^{\circ}\text{C}$]	temperatura pri kojoj dolazi do maksimalne brzine ohlađivanja
t(CRMax) [s]	vrijeme nakon kojeg se postiže maksimalna brzina ohlađivanja
Time to 200 $^{\circ}\text{C}$ [s]	vrijeme ohlađivanja do 200°C
Time to 400 $^{\circ}\text{C}$ [s]	vrijeme ohlađivanja do 400°C
Time to 600 $^{\circ}\text{C}$ [s]	vrijeme ohlađivanja do 600°C
T _{cp} [$^{\circ}\text{C}$]	temperatura prijelaza iz faze mjehuričastog vrenja u konvekcijski prijelaz topline
T _{vp} [$^{\circ}\text{C}$]	temperatura prijelaza iz faze parnog omotača u fazu mjehuričastog vrenja



Slika 12. Karakterističan izgled krivulje ohlađivanja (a) ulja za kaljenje i iz nje izračunate krivulje brzine ohlađivanja (b) s označenim fazama ohlađivanja

5.2. Ispitivana ulja

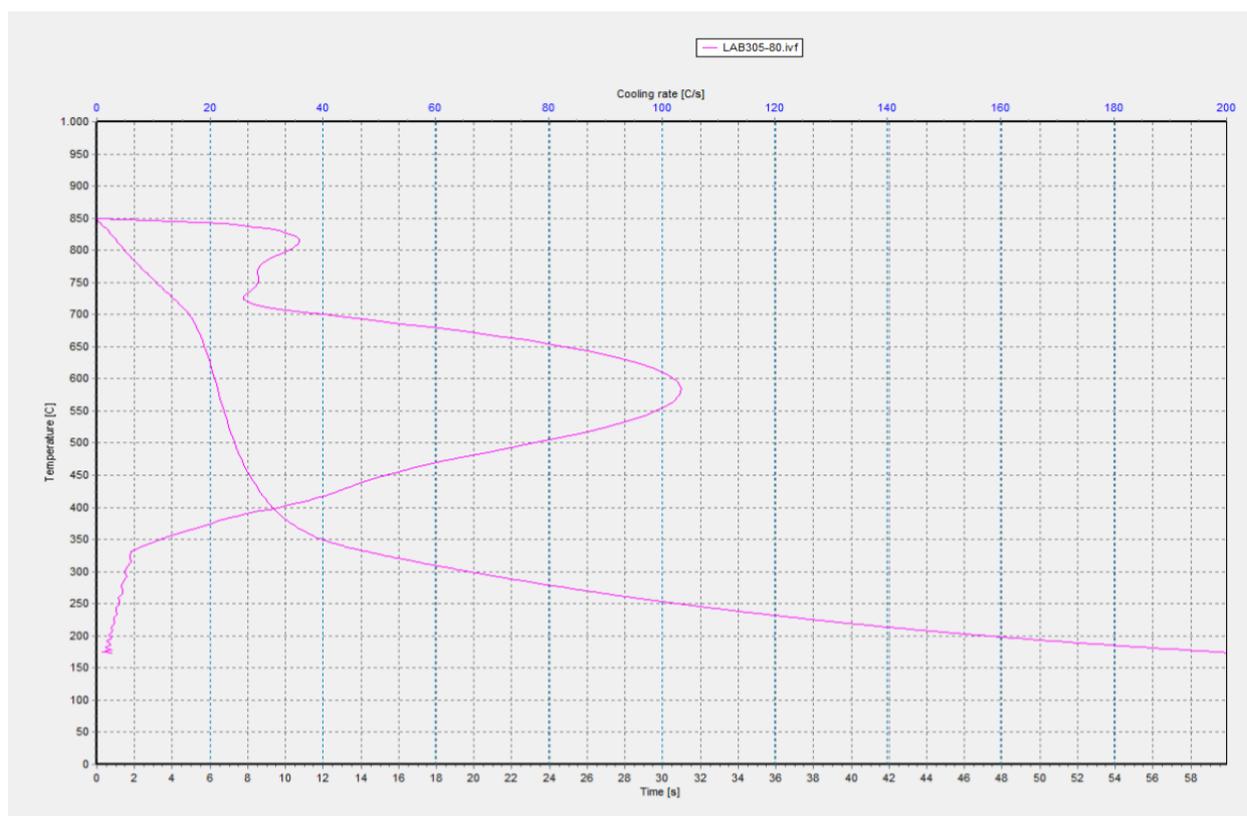
U tablici 3 navedena su sva ispitivana ulja te njihova količina. Ulja su sa sobne temperature (23 °C u trenutku ispitivanja) ugrijavana na temperaturu ulja pri ispitivanju koja iznosi 80 °C. Svih 6 ispitnih uzoraka ulja posjeduje različit kemijski sastav, čiji je utjecaj na brzinu hlađenja te ostala svojstva ispitivan.

Tablica 3. Ispitivana ulja

<i>OZNAKA ISPITNOG UZORKA</i>	<i>KOLIČINA</i>
1. LAB305/19-80 °C	2 l
2. LAB306/19-80 °C	2 l
3. LAB307/19-80 °C	2 l
4. LAB308/19-80 °C	2 l
5. LAB309/19-80 °C	2 l
6. LAB310/19-80 °C	2 l

5.3. Rezultati ispitivanja

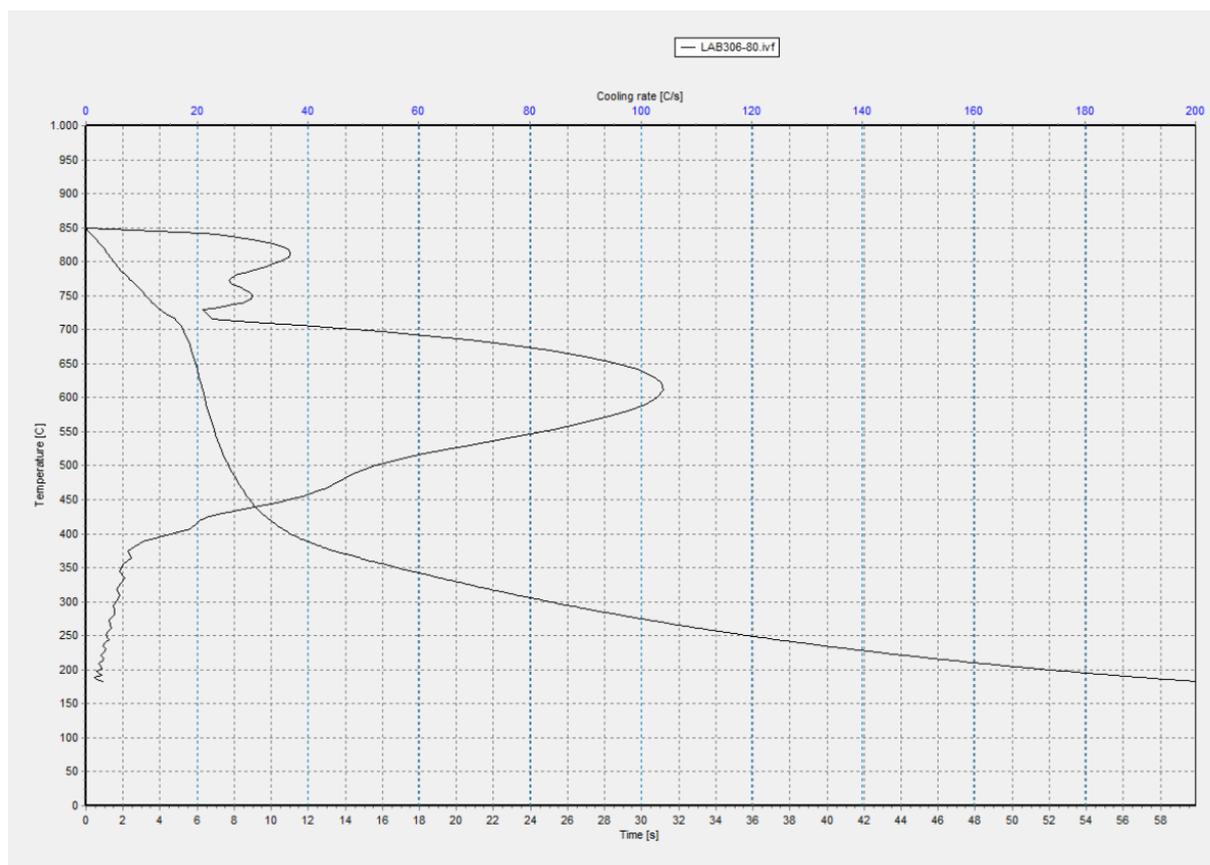
Na slikama 13-18 prikazane su krivulje ispitivanja ispitnih uzoraka ulja za kaljenje oznake redom: LAB305/19, LAB306/19, LAB307/19, LAB308/19, LAB309/19 i LAB310/19. Ispitane pomoću mjernog sustava IVF Smart Quench prema normi ISO 9950. Ispitivanje je provedeno u električnoj peći IVF s automatskom regulacijom temperature na iznosu 850 ± 5 °C, vrijeme ugrijavanja mjerne probe iznosilo je 5 min, temperatura mjerne probe na početku ohlađivanja iznosila je 855 °C, vrijeme prikupljanja zapisa o ohlađivanju središta probe iznosilo je 60 s, točnost regulacije temperature u peći: $\pm 2,5$ °C / 60 mm visine peći. Temperatura ispitivanih sredstava za gašenje na početku snimanja krivulje (prije ugrijavanja na 80 °C) iznosila je 22 °C, dok je temperatura prostorije u kojoj je ispitivanje provedeno iznosila 23 °C. U tablicama 4-9 redom su prikazani izmjereni parametri za navedene ispitne uzorke. Prije samoga ispitivanja provedeno je čišćenje mjerne sonde uređaja pomoću brusnog papira granulacije 1000, kako bi se uklonili oksidi na površini sonde i nečistoće nastale prilikom prethodnih ispitivanja te potencijalno odstupanje rezultata od točne vrijednosti svelo na minimum.



Slika 13. Krivulja ohlađivanja (temperatura-vrijeme) i krivulja brzine ohlađivanja (brzina ohlađivanja-temperatura) ispitnog uzorka ulja za kaljenje oznake LAB305-80 °C

Tablica 4. Izmjereni parametri ohlađivanja za LAB305-80 °C

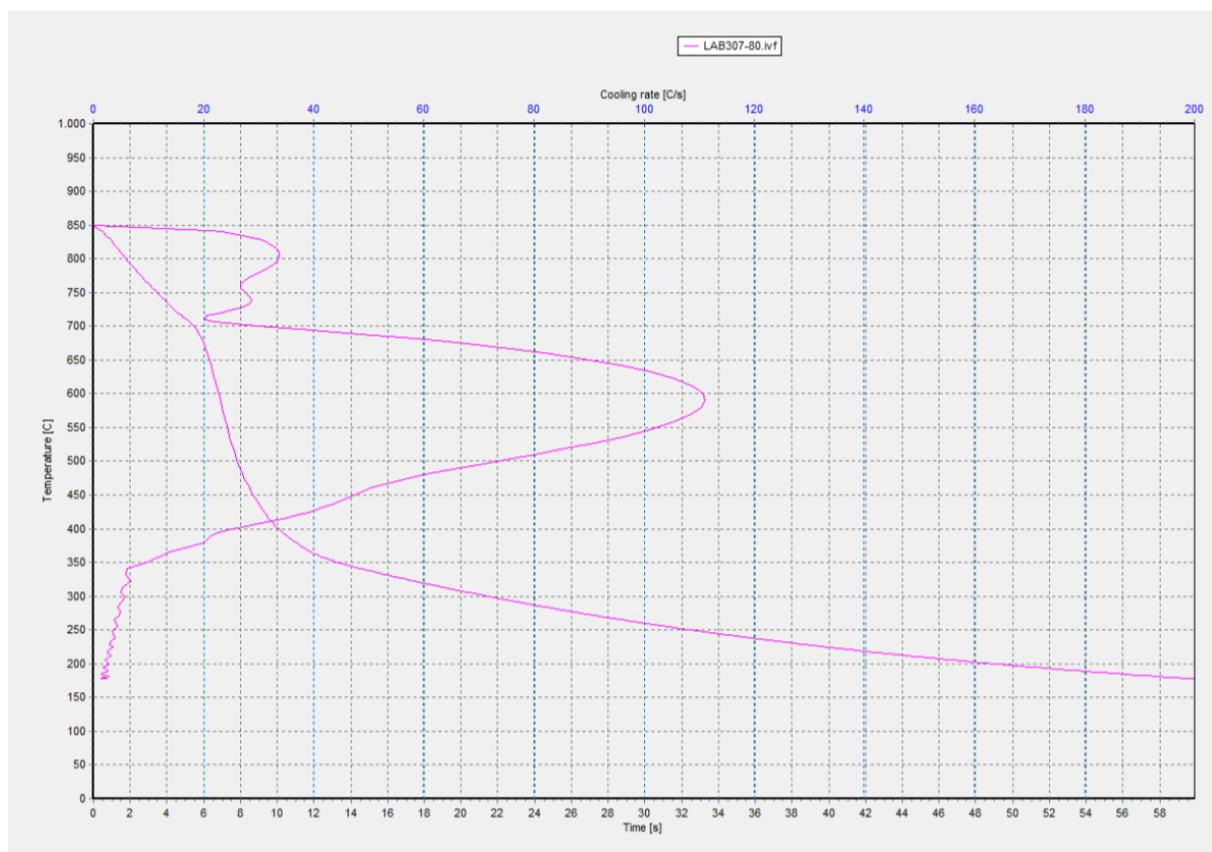
NAZIV ISPITNOG UZORKA	LAB305-80 °C
CR300 [°C/s]	5,15
CR550 [°C/s]	99,01
CRMax [°C/s]	103,45
T(CRMax) [°C]	580,69
t(CRMax) [s]	6,44
Time to 600 °C [s]	6,25
Time to 400 °C [s]	9,30
Time to 200 °C [s]	47,23
T _{vp} [°C]	725,54
T _{cp} [°C]	332,19



Slika 14. Krivulja ohlađivanja (temperatura-vrijeme) i krivulja brzine ohlađivanja (brzina ohlađivanja-temperatura) ispitnog uzorka ulja za kaljenje oznake LAB306-80 °C

Tablica 5. Izmjereni parametri ohlađivanja za LAB306-80 °C

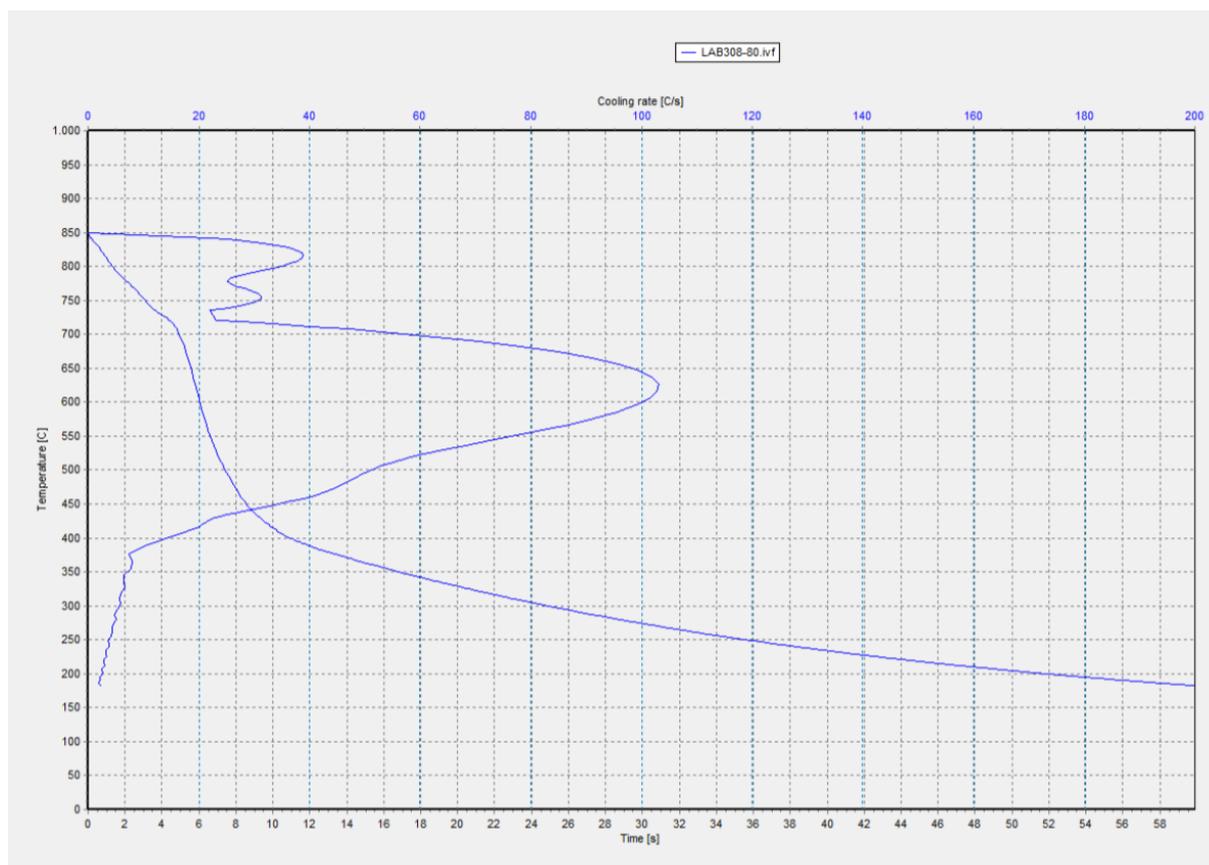
NAZIV ISPITNOG UZORKA	LAB306-80 °C
CR300 [°C/s]	5,85
CR550 [°C/s]	82,20
CRMax [°C/s]	103,92
T(CRMax) [°C]	609,37
t(CRMax) [s]	6,32
Time to 600 °C [s]	6,41
Time to 400 °C [s]	11,01
Time to 200 °C [s]	51,89
T _{vp} [°C]	722,22
T _{cp} [°C]	387,85



Slika 15. Krivulja ohlađivanja (temperatura-vrijeme) i krivulja brzine ohlađivanja (brzina ohlađivanja-temperatura) ispitnog uzorka ulja za kaljenje oznake LAB307-80 °C

Tablica 6. Izmjereni parametri ohlađivanja za LAB307-80 °C

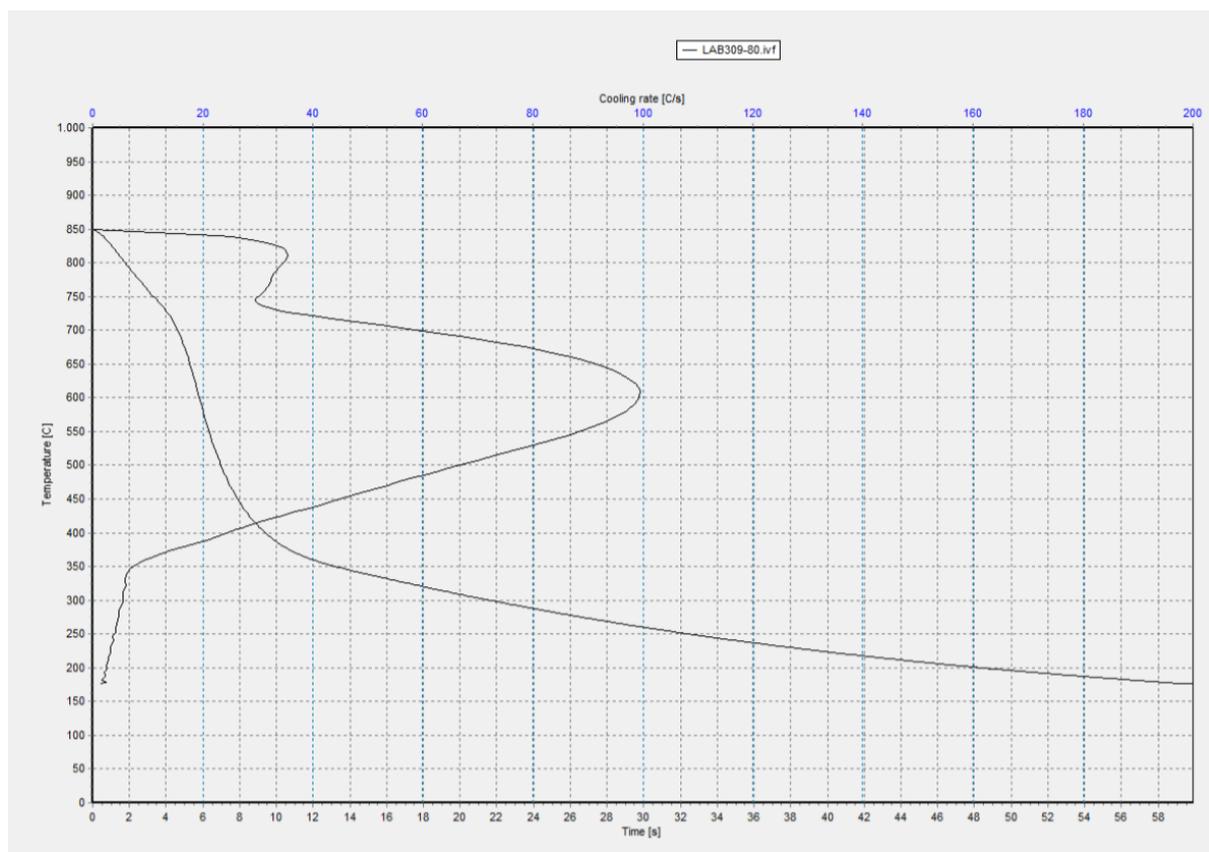
NAZIV ISPITNOG UZORKA	LAB307-80 °C
CR300 [°C/s]	5,88
CR550 [°C/s]	102,39
CRMax [°C/s]	110,97
T(CRMax) [°C]	585,48
t(CRMax) [s]	6,94
Time to 600 °C [s]	6,81
Time to 400 °C [s]	10,06
Time to 200 °C [s]	49,00
T _{vp} [°C]	711,97
T _{cp} [°C]	356,32



Slika 16. Krivulja ohlađivanja (temperatura-vrijeme) i krivulja brzine ohlađivanja (brzina ohlađivanja-temperatura) ispitnog uzorka ulja za kaljenje oznake LAB308-80 °C

Tablica 7. Izmjereni parametri ohlađivanja za LAB308-80 °C

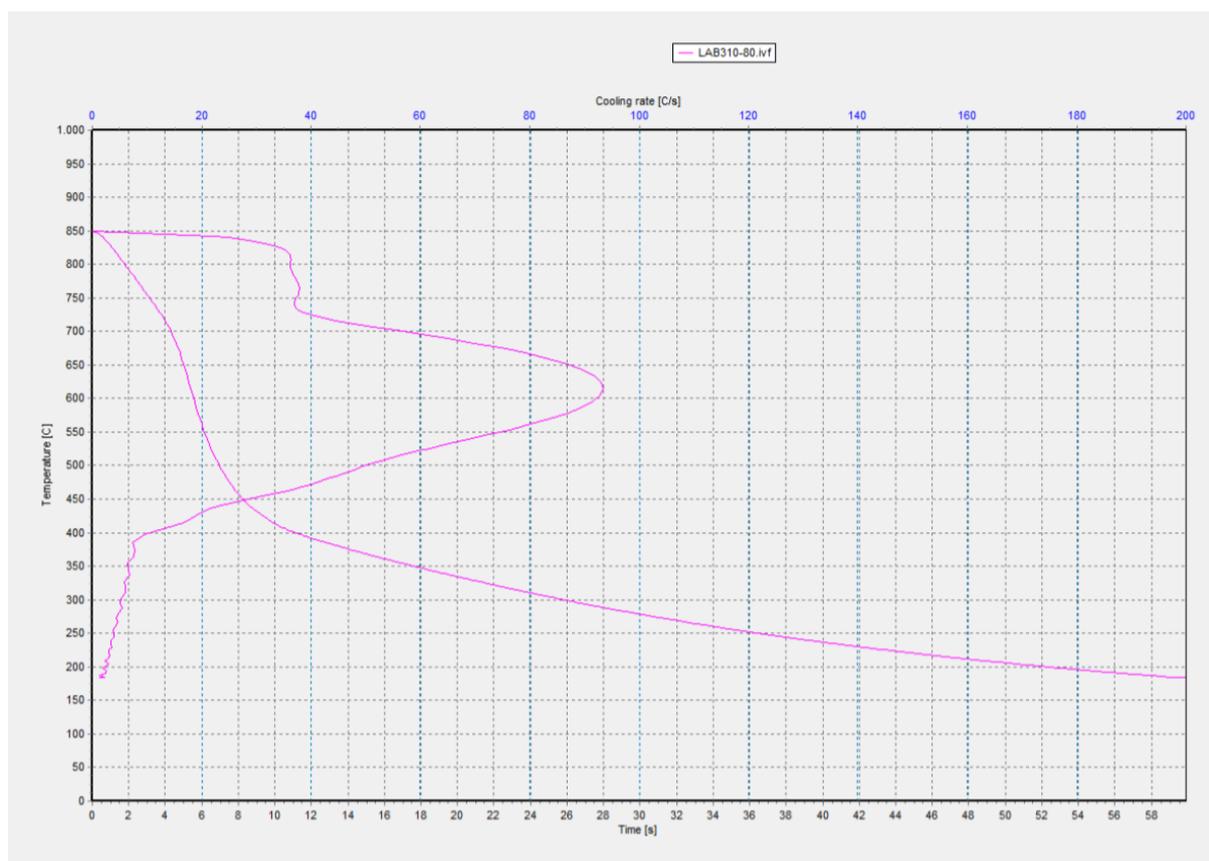
NAZIV ISPITNOG UZORKA	LAB308-80 °C
CR300 [°C/s]	5,66
CR550 [°C/s]	76,63
CRMax [°C/s]	103,10
T(CRMax) [°C]	623,79
t(CRMax) [s]	5,82
Time to 600 °C [s]	6,05
Time to 400 °C [s]	10,90
Time to 200 °C [s]	51,77
T _{vp} [°C]	727,94
T _{cp} [°C]	392,22



Slika 17. Krivulja ohlađivanja (temperatura-vrijeme) i krivulja brzine ohlađivanja (brzina ohlađivanja-temperatura) ispitnog uzorka ulja za kaljenje oznake LAB309-80 °C

Tablica 8. Izmjereni parametri ohlađivanja za LAB309-80 °C

NAZIV ISPITNOG UZORKA	LAB309-80 °C
CR300 [°C/s]	5,37
CR550 [°C/s]	88,4
CRMax [°C/s]	99,43
T(CRMax) [°C]	611,13
t(CRMax) [s]	5,70
Time to 600 °C [s]	5,81
Time to 400 °C [s]	9,39
Time to 200 °C [s]	48,37
T _{vp} [°C]	744,23
T _{cp} [°C]	338,24



Slika 18. Krivulja ohlađivanja (temperatura-vrijeme) i krivulja brzine ohlađivanja (brzina ohlađivanja-temperatura) ispitnog uzorka ulja za kaljenje oznake LAB310-80 °C

Tablica 9. Izmjereni parametri ohlađivanja za LAB310-80 °C

NAZIV ISPITNOG UZORKA	LAB310-80 °C
CR300 [°C/s]	5,74
CR550 [°C/s]	74,50
CRMax [°C/s]	93,34
T(CRMax) [°C]	610,08
t(CRMax) [s]	5,45
Time to 600 °C [s]	5,56
Time to 400 °C [s]	11,10
Time to 200 °C [s]	52,31
T _{vp} [°C]	741,15
T _{cp} [°C]	398,75

6. ZAKLJUČAK

U ovom završnom radu ispitano je 6 različitih ispitnih uzoraka ulja za kaljenje: LAB305/19, LAB306/19, LAB307/19, LAB308/19, LAB309/19 i LAB310/19. Ispitivanja su provedena pri temperaturi od 80 °C sukladno normi ISO 9950 primjenom mjerno računalnog sustava IVF Smart Quench. Sve krivulje ohlađivanja snimljene su istom frekvencijom uzorkovanja od 100 Hz i prikazane na isti način u dijagramima „temperatura središta mjerne probe – vrijeme ohlađivanja“ i „brzina ohlađivanja središta probe – temperatura središta“. Iz snimljenih podataka primjenom računalnog programa IVF SQ Integra ver. 4.1 određene su karakteristične veličine procesa ohlađivanja koje kvalitativno i kvantitativno opisuju ponašanje ispitivanog sredstva za ohlađivanje. Isto tako prikazane su temperature prijelaza iz faze parnog omotača u fazu mjehuričastog vrenja te temperature prijelaza iz faze mjehuričastog vrenja u konvekcijski prijelaz topline. Analizom dobivenih rezultata ustvrđeno je kako ispitivana ulja pokazuju značajnu razliku u dobivenim brzinama ohlađivanja s obzirom na njihovu razliku u kemijskom sastavu. I druge vrijednosti kao npr. vrijeme kod kojega postizemo maksimalnu brzinu ohlađivanja, temperaturu pri kojoj dolazi do maksimalne brzine ohlađivanja, T_{vp} ili T_{cp} su također različite što nam omogućava da zavisno od kvalitete kaljenog čelika, dimenzija i oblika komada odaberemo najpovoljnije ulje za kaljenje.

LITERATURA

- [1] Stupnišek, M., Cajner, F., *Osnove toplinske obrade metala*, Sveučilište u Zagrebu, 2001.
- [2] Krumes, D., *Toplinska obrada*, Slavonski brod, Sveučilište Josipa Juraja Strossmayera u Osijeku, 2000.
- [3] Landek, D., *Toplinska obrada, Autorizirane podloge za predavanja*, FSB Zagreb, 2019.
- [4] Černe, F., Lišić, B., *Termička obrada čelika*, METALBIRO, Zagreb, 1978.
- [5] Landek, D., Cajner, F., *Toplinska obrada i površinska zaštita*, podloge za vježbe, Ispitivanje sredstva za gašenje, Zagreb, 2016.
- [6] Pedišić, Lj., Matijević, B., Munić, J., *Utjecaj koncentracije vodomješivih tekućina za obradu metala na sposobnost ohlađivanja*, znanstveni rad, FSB Zagreb, 2008.
- [7] Pedišić, Lj., *The influence of Quenchant Composition on Cooling Rate*, Maziva-Zagreb, 2011.
- [8] Stanečić, J., *Usporedba sposobnosti ohlađivanja biljnih i mineralnih ulja za gašenje*, diplomski rad, Zagreb, 2015.
- [9] Herring, D., *Oil Quenching*, The Herring group, Elmhurst, <http://www.heat-treat-doctor.com/documents/Vacuum%20Oil%20Quenching%20Tech.pdf>
- [10] Ivf smart quench, <https://www.ri.se/sites/default/files/2019-10/ivf%20SmartQuench%202%20brochure.pdf>
- [11] Dijagnostika stanja ulja za toplinsku obradu metala, <http://www.maziva.org/dijagnostika/fluidi-pri-obradi-metala/ulja-za-termicku-obradu-metala/>
- [12] Swastik analytical laboratory, <https://www.swastiklabs.com/icp-ms/>

PRILOZI

I. CD-R disc