

HT110365

U. V. Nayak, K. N. Prabhu

Heat Transfer during Quenching of Inconel Probe in Non-Edible Vegetable Oils

Wärmeübertragung während des Abschreckens der Inconel-Sonde in nicht essbaren Pflanzenölen

Abstract/Kurzfassung

Non-edible vegetable oils of Karanja and neem were used as quench media in the present investigation. The cooling characteristics of quenchants were obtained using Inconel 600 alloy probe and were compared with that of a fast-quenching mineral oil quench medium. Spatiotemporal heat flux was estimated using inverse heat conduction method. Heat removed from the probe during quenching showed higher and faster heat extraction by karanja oil quench medium compared to the mineral oil. Heat transfer characteristics of neem oil were comparable with the mineral oil. Rewetting time and temperature of vegetable oils were found to be higher than that of the mineral oil. ■

Keywords: Quenching, non-edible vegetable oils, karanja oil (*Millettia pinnata*), neem oil (*Azadirachta indica*), spatiotemporal heat flux

In der vorliegenden Untersuchung wurden nicht essbare Pflanzenöle vom Karanja- und Niembaum als Abschreckmedien verwendet. Die Kühleigenschaften der Abschreckmittel wurden mit einer Sonde aus einer Inconel-600-Legierung erhalten und mit denen eines schnell abschreckenden Mineralöl-Abschreckmediums verglichen. Der Wärmefluss wurde mittels inverser Wärmeleitmethode geschätzt. Beim Abschrecken der Sonde mit Karanja-Öl zeigte sich ein höherer und schnellerer Wärmeentzug im Vergleich zum Mineralöl. Die Wärmeübertragungseigenschaften von Niemöl waren mit denen des Mineralöls vergleichbar. Die Wiederbenetzungszeit und -temperatur von Pflanzenölen war höher als die des Mineralöls. ■

Schlüsselwörter: Abschrecken, nicht essbare pflanzliche Öle, Karanjaöl (*Millettia pinnata*), Niemöl (*Azadirachta indica*), Wärmefluss

Autoren/Authors: Mr. U. Vignesh Nayak, Prof. K. Narayan Prabhu, Department of Metallurgical and Materials Engineering, National Institute of Technology Karnataka, Surathkal, Srinivasnagar, Mangalore 575025, India, prabhukn_2002@yahoo.co.in (Corresponding author/Kontakt)

HOW TO CITE THIS ARTICLE: U. V. Nayak et al: Heat Transfer during Quenching of Inconel Probe in Non-Edible Vegetable Oils. HTM J. Heat Treatm. Mat. 73 (2018) 5, pp. xxx-xxx, DOI:10.3139/105.110365

List of symbols/Liste der Symbole

CR_{max} maximum cooling rate/ maximale Abkühlrate, °C/s
 CR₇₀₅ cooling rate at/Abkühlrate bei 705 °C, °C/s
 CR₅₅₀ cooling rate at/Abkühlrate bei 550 °C, °C/s
 CR₃₀₀ cooling rate at/Abkühlrate bei 300 °C, °C/s

CR₂₀₀ cooling rate at/Abkühlrate bei 200 °C, °C/s
 T_{max} temperature at maximum cooling rate/Temperatur bei maximaler Abkühlrate, °C
 q heat flux transients/Wärmefluss transient, MW/m²

1 Introduction

Quench hardening of steels consists of austenitising of steel parts followed by rapid cooling by introduction of the hot steel to a liquid quench medium. The goal of the hardening, is to obtain martensitic microstructure in the steel with minimal distortion of the quenched part. Generally, oil quench media is used to accomplish this. Oil quench media are derived from petroleum (mineral), animal and plant sources. Mineral oil quenchants are the most popular oils that are used in the steel heat treatment industry. They

1 Einführung

Beim Abschrecken von Stählen werden Stahlteile zunächst austenitisiert, danach wird das heiße Werkstück durch Eintauchen in ein Abschreckmedium rasch abgekühlt. Durch diesen Härteprozess soll ein martensitisches Gefüge mit minimalen Verzugswerten des abgeschreckten Bauteils erzeugt werden. Üblicherweise werden hierfür Öle als Abschreckmittel eingesetzt; Ölabschreckmedien mineralischen (Erdöl), tierischen oder pflanzlichen Ursprungs. Das von der Industrie für die Wärmebehandlung von Stahlerzeugnis-

come in myriad of formulations catered to meet specific requirements. The key components of such oils include paraffins, naphthenes and sulphur-derived open-chain and cyclic derivatives etc. Variation of these constituents cause their cooling behaviour to differ significantly [1-2]. Further, viscosity of these oils significantly influences their quench performance. *Ramesh* and *Prabhu* [3] showed that mineral oils classified under normal, fast and hot oils had peak cooling rates ranging from about 60 °C/s to 110 °C/s. Use of mineral oils pollute the environment. Their use as quenching medium is susceptible to fire. They are non-renewable. The smoke liberated during operation adversely impact the health of the operators involved. These drawbacks require the use of safer and environment friendly oils that have the potential to satisfactorily harden steel. Vegetable oils of sunflower, palm, rapeseed, canola and other have been assessed for their hardening characteristics. One of the earliest investigation on the use of vegetable oil made from rapeseed was done by *Rose* in the year 1940 [4]. His study showed higher peak cooling rate with unstable vapour phase stage compared with mineral oil quenching media. *Totten* et al. explored the potential of soybean oil as quench medium and compared its cooling performance with a mineral oil. Their investigation showed that, soybean oil cooled steel faster compared to the mineral oil [5]. Quenched microstructure in the AISI 1040 steel consisted of martensite and mixed microstructure comprising of bainite, pearlite, and ferrite, during quenching in vegetable oil while pearlite and ferrite structures were found in the mineral oil quenched steel specimen in the work of *Fernandes* and *Prabhu* [6]. These results clearly show the potential and benefit of using eco-friendly vegetable oil quenching media as quenchants to heat treat steels. However, vegetable oils discussed above are edible. Their use as quench media will unfavourably impact the food chain. India, with large import tonnage of vegetable oils would be severely hit under such a circumstance. Such adversity requires investigation directed towards exploration of suitable non-edible vegetable oil media that would quench harden steel.

In India, two such non-edible vegetable oils show promising prospects. One karanja oil, also known as pongamia oil and the other neem oil also known as *Azadirachta indica* oil. Karanja oil and neem oil are obtained by crushing their seeds. Karanja oil is popularly used in hair oil products and is presently used as in making biodiesel while neem oil is used in shampoos and ayurvedic products. In India, the potential production of karanja and neem oil can reach up to 55 000 tons and 100 000 tons respectively [7].

In the present investigation, thermocouple instrumented Inconel 600 alloy probe was used to obtain the cooling characteristics of karanja, neem and mineral oil quench media. Spatiotemporal heat flux was obtained by inverse heat conduction method to assess the heat transfer ability of these oils. Heat removed by the non-edible vegetable oils were compared with the mineral oil. Rewetting time

sen am häufigsten verwendete Öl ist Mineralöl. Mineralöle stehen in einer Vielzahl von unterschiedlichen Formulierungen für spezifische Ansprüche zur Verfügung. Zu den wesentlichen Bestandteilen derartiger Öle zählen unter anderem Paraffine, Naphthene und schwefelbasierte offenkettige und zyklische Derivate. Eine unterschiedliche Zusammensetzung dieser Inhaltsstoffe wirkt sich signifikant auf das Abkühlverhalten aus [1-2]. Darüber hinaus stellt die Viskosität dieser Öle einen erheblichen Einflussfaktor für deren Abschreckleistung dar. *Ramesh* und *Prabhu* [3] haben gezeigt, dass die als „normal, schnell und heiß“ eingestuften Mineralöle maximale Kühlraten zwischen rund 60 °C/s und 110 °C/s aufweisen können. Die Verwendung von Mineralöl stellt eine Belastung für die Umwelt dar. Ihr Einsatz als Abschreckmedium ist mit Brandrisiken verbunden. Mineralöle sind keine erneuerbaren Energieträger. Der im Zuge der Verwendung freigesetzte Rauch wirkt sich negativ auf die Gesundheit der direkt beteiligten Personen aus. All diese Nachteile machen den Ruf nach sichereren und umweltfreundlicheren Ölen laut, die das Potenzial zum effizienten Härten von Stahl mit sich bringen. Pflanzenöle aus Sonnenblumen, Ölpalmen, Raps, Canola und anderen Pflanzenarten wurden bereits auf ihre Härtungseigenschaften hin untersucht. Eine der ersten Studien über die Verwendung von Pflanzenöl aus Raps wurde von *Rose* im Jahr 1940 durchgeführt [4]. Seine Untersuchung zeigte im Vergleich zu Mineralölabschreckmedien eine höhere Maximalkühlrate mit einer instabilen Dampfphase. *Totten* et al. analysierten das Potenzial von Sojabohnenöl als Abschreckmedium und verglichen seine Kühlleistung mit jener von Mineralöl. Dabei stellten sie fest, dass Sojabohnenöl in der Lage ist, Stahl rascher abzukühlen [5]. Während das abgeschreckte Gefüge eines AISI 1040-Stahls beim Abschrecken in Pflanzenöl aus Martensit und einem Mischgefüge aus Bainit, Perlit und Ferrit bestand, wurden in den Studien von *Fernandes* und *Prabhu* in der mit Mineralöl abgeschreckten Stahlprobe Perlit- und Ferritstrukturen nachgewiesen [6]. Diese Ergebnisse sind ein klarer Beleg für das Leistungsvermögen und die Vorteile des Einsatzes von umweltfreundlichen Pflanzenölen als Abschreckmedien in der Wärmebehandlung von Stahl. Alle oben angeführten pflanzlichen Öle sind jedoch für den menschlichen Verzehr geeignet. Ihre Verwendung als Abschreckmittel wirkt sich somit zwangsläufig negativ auf die Nahrungskette aus. Indien mit seinem enormen Importvolumen an Pflanzenölen würde durch eine derartige Vorgehensweise besonders stark in Mitleidenschaft gezogen werden. In Anbetracht dieser negativen Vorzeichen muss sich die Forschung bei der Untersuchung geeigneter Abschreckmedien für Stahl in Richtung nicht essbarer Pflanzenöle orientieren.

In Indien haben sich mit zwei dieser für den Menschen ungenießbaren Pflanzenöle bereits vielversprechende Perspektiven eröffnet: Karanjaöl, auch bekannt als Pongamiaöl, und Niemöl. Karanjaöl und Niemöl werden durch Extraktion aus den Samen der jeweiligen Pflanze gewonnen. Karanjaöl wird häufig in Haarölprodukten eingesetzt und für die Herstellung von Biodiesel verwendet. Niemöl findet sich in vielen Shampoos und ayurvedischen Produkten. In Indien erzielt die Produktion von Karanja- und Niemöl Spitzen von bis zu 55 000 bzw. 100 000 Tonnen [7].

In der vorliegenden Studie wurde für die Bestimmung der Kühleigenschaften der drei Abschreckmedien Karanja-, Niem- und Mineralöl eine Sonde aus einer Inconel-600-Legierung verwendet. Zur Beurteilung der Wärmeleitfähigkeit der Öle wurde der Wärmefluss mittels inverser Wärmeleitmethode erfasst. Die durch die nicht essbaren Pflanzenöle abgeführte Wärme wurde mit jener unter Einsatz

and temperature, thermophysical properties and wetting angle of the oils during spreading of an oil drop were obtained.

2 Experimental

2.1 Quenching set-up

The design of the Inconel 600 alloy probe with provisions for inserting thermocouples used to assess the heat transfer characteristics of the quench medium is shown in Figure 1. The probe was heated to 860 °C in a resistance furnace. The screw portion of the probe was fastened to a 304 SS pipe which aided to hold the probe vertically in the furnace, concealing its upper surface and facilitating immersion of the probe vertically into the quench medium. Type ‘K’ thermocouples were used to obtain temperature data during quenching. The probe was immersed into two liters of the quench medium that was placed beneath the furnace. Temperature was recorded in a PC that was interfaced with a data acquisition system (NI 9213) which was connected to the thermocouples. Data was recorded at an interval of 0.1 s.

Figure 2 shows a 2-D axisymmetric model of the probe. This model was used to estimate the unknown spatiotemporal heat flux transients (q_1 to q_4) using TmmFe inverse solution software (Thermet Solutions Pvt. Ltd., Bangalore, India). The model was meshed uniformly with four node quadrilateral elements, resulting in 3500 elements on discretisation. Thermophysical properties such as thermal conductivity, specific heat and density, reported in [8] were used as input to the model. The boundary surfaces represented by $q = 0$, indicate insulated boundary condition. The temperatures measured by the near surface thermocouples were assigned to locations TC (1), (2), (3) and (4), shown in the model, to obtain

von Mineralöl verglichen. Erfasst wurden Wiederbenetzungszeit und -temperatur, thermophysikalische Eigenschaften und Randwinkel der Öle während der Ausbreitung eines Öltropfens.

2 Versuchsreihe

2.1 Setup des Abschreckverfahrens

Bild 1 zeigt das Design der Inconel-600-Legierungssonde mit der Möglichkeit zum Einbringen von Thermoelementen zur Erfassung der Wärmeübertragungseigenschaften des Abschreckmediums. Die Sonde wurde in einem Widerstandsofen auf 860 °C erhitzt. Das Schraubelement der Sonde wurde an einem 304 SS-Rohr befestigt, mit dessen Hilfe die Sonde im Ofen in vertikaler Position gehalten, die Oberfläche abgedeckt und das vertikale Eintauchen der Sonde in das Abschreckmedium erleichtert wurde. Für die Erfassung der Temperaturwerte während des Abschreckprozesses wurden Thermoelemente vom Typ „K“ verwendet. Die Sonde wurde in zwei Liter des unterhalb des Ofens positionierten Abschreckmediums getaucht. Die Temperaturwerte wurden von einem PC aufgezeichnet, der an ein mit den Thermoelementen verbundenes Datenerfassungssystem (NI 9213) gekoppelt war. Die Aufzeichnung der Daten erfolgte im Abstand von 0,1 s.

Bild 2 zeigt ein 2-D-achsensymmetrisches Modell der Sonde. Dieses Modell wurde für die Schätzung der Wärmefluss transienten (q_1 bis q_4) unter Einsatz der (TmmFe Inverse Solution)-Software (Thermet Solutions Pvt. Ltd., Bangalore, India) herangezogen. Das Netz des Modells wurde einheitlich aus vierseitigen Elementen mit vier Knoten erstellt, wodurch sich eine Diskretisierung von 3 500 Elementen ergab. Die in [8] dargelegten thermophysikalischen Eigenschaften, wie Wärmeleitfähigkeit, spezifische Wärme und Dichte, wurden in das Modell integriert. Die durch $q = 0$ dargestellten Grenzflächen kennzeichnen isolierte Randbedingungen. Die von den oberflächennahen Thermoelementen ge-

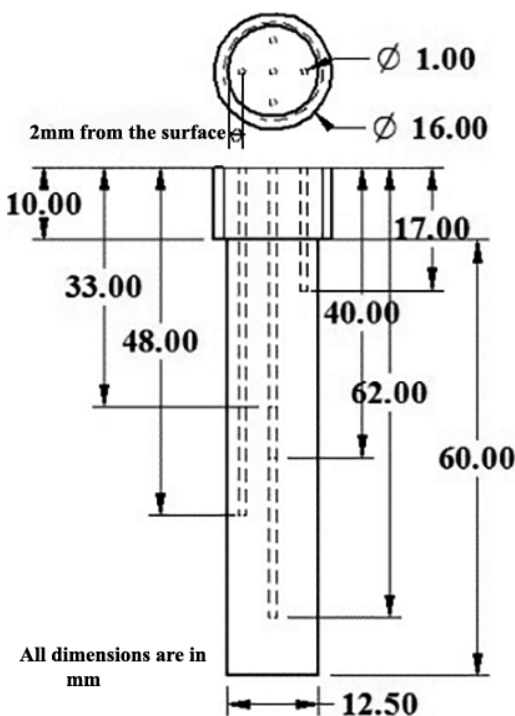


Fig. 1. Design of the Inconel quench probe showing thermocouple locations

Bild 1. Design der Inconel-Abschrecksonde mit Thermoelementpositionen

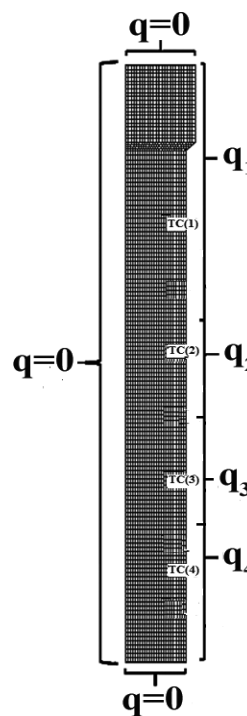


Fig. 2. Axisymmetric model of the quench probe

Bild 2. Achsensymmetrisches Modell der Abschrecksonde

the inverse solution to the heat conduction problem by following the procedure detailed in [9].

2.2 Measurement of thermophysical properties

Viscosity of the quench media was measured using a programmable rheometer (Brookfield LDV-IIIU, Brookfield Engineering Laboratories, Inc., USA). For measuring viscosity at room temperature 800 ml of oil and LV1 spindle with guard leg was used. The spindle used is capable of measuring viscosity in the range of 15–20 000 mPa \times s.

Thermal conductivity of nanofluids were measured using KD2-Pro device with KS-1 sensor. Density of oils was measured using 50 ml liquid pycnometer. Flash and fire points of oil quench media were determined using the Cleveland open cup apparatus. The lowest temperature at which intermittent flash (2 to 3) occurred was taken as the flash point of the oil. The temperature at which the hot oil caught fire that lasted for at least five seconds after the flame was removed was noted as the fire point of the oil.

Wetting of the liquid quench medium on the probe surface has been reported to influence the cooling process. To measure wetting of the liquid medium on the Inconel surface, contact angle measurements were carried out. A 1 ml surgical syringe fitted with a needle having 0.5 mm diameter was used to dispense a droplet of quench medium on the substrate. The amount of droplet dispensed was controlled using a precision pump. The spreading phenomena of the drop on the metal substrate was recorded by a high-speed camera operated at 26 fps (frames per second) and the images were analysed in KRUSS Advance software. Elliptical curve fitting method inbuilt in the software was used to obtain the dynamic contact angle of the dispensed drop.

Liquid surface tension was measured using a syringe filled with the test medium to which a needle of diameter 1.83 mm was attached. A pendant of the quench medium was formed that suspended from the tip of the needle. Density and viscosity of the liquid used were provided as inputs to the Advance software to obtain the surface tension. The ambient temperature during the measurements was maintained at 26 °C.

3 Results and discussions

3.1 Cooling curve analysis

The cooling curves recorded at the geometric centre of the Inconel probe during quenching in oil quench media are shown in Figure 3a. The corresponding cooling rate curves are shown in Figure 3b. The cooling curves show the occurrence of a vapour phase stage. Vapour encapsulation causes gradual reduction in temperature at the onset of quenching. The cooling rate curves show that the vapour phase stage lasts for about 3.5 s, 4.3 s and 8.6 s respectively for karanja, neem and mineral oil (Figure 3b). With continued heat loss, the vapour phase begins to break as the amount of

gemessenen Temperaturen wurden den Positionen TC (1), (2), (3) und (4) zugeordnet, um die inverse Lösung für das Wärmeleitproblem anhand des in [9] beschriebenen Verfahrens zu erhalten.

2.2 Messung der thermophysikalischen Eigenschaften

Die Viskosität des Abschreckmediums wurde mit einem programmierbaren Rheometer (Brookfield LDV-IIIU, Brookfield Engineering Laboratories, Inc., USA) gemessen. Die Erhebung der Viskosität bei Raumtemperatur wurde unter Verwendung von 800 ml Öl und einer LV1-Spindel mit Schutzvorrichtung durchgeführt. Mit der verwendeten Spindel können Viskositätswerte im Bereich von 15–20 000 mPa \times s erfasst werden.

Die Messung der thermischen Leitfähigkeit von Nanofluiden erfolgte anhand eines KD2-Pro-Instruments mit KS-1-Sensor. Die Öldichte wurde mit einem 50-ml-Flüssigkeitspycnometer ermittelt. Die Bestimmung der Flamm- und Brennpunkte der Abschreckmedien wurde unter Anwendung des Cleveland-Verfahrens im offenen Tiegel durchgeführt. Die niedrigste Temperatur, bei der eine intermittierende Aufflammen (2 und 3) verzeichnet werden konnte, wurde als Flammpunkt des Öls eingestuft. Jene Temperatur, bei der das heiße Öl Feuer fing und für mindestens 5 s nach Entfernen der Flamme in Brand stand, wurde als Brennpunkt des Öls festgelegt.

Die Benetzung des flüssigen Abschreckmediums an der Sondenoberfläche wird als Einflussfaktor für den Kühlprozess erachtet. Zur Erfassung der Benetzung des flüssigen Mediums an der Inconel-Oberfläche wurde eine Kontaktwinkelmessung durchgeführt. Mithilfe einer 1 ml fassenden, medizinischen Spritze mit einer Nadel im Durchmesser von 0,5 mm wurde ein kleiner Tropfen des Abschreckmediums am Substrat aufgebracht. Das Tropfenvolumen wurde anhand einer Präzisionspumpe kontrolliert. Die Ausbreitung des Tropfens auf der Metalloberfläche wurde mit einer Hochgeschwindigkeitskamera mit einer Aufnahmezeit von 26 fps (frames per second) aufgezeichnet. Die entstandenen Bilder wurden mit der KRUSS Advance-Software analysiert. Mit der in der Software integrierten elliptischen Kurvenanpassung konnte der dynamische Kontaktwinkel des dispensierten Tropfens bestimmt werden.

Die Spannung der Flüssigkeitsoberfläche wurde anhand einer mit dem Testmedium befüllten Spritze mit einer Nadel im Durchmesser von 1,83 mm gemessen. An der Spitze der Dosiernadel wurde ein hängender Tropfen ausgebildet. Zur Erfassung der Oberflächenspannung wurden die Dichte und Viskosität der verwendeten Flüssigkeit in die Advance Software integriert. Die Umgebungstemperatur während der Messung betrug konstant 26 °C.

3 Ergebnisse

3.1 Analyse der Abkühlkurven

Die während des Abschreckens mit einem Ölabschreckmedium in der geometrischen Mitte der Inconel-Sonde erfassten Abkühlkurven werden in Bild 3a gezeigt. Die entsprechenden Abkühlgeschwindigkeitskurven sind in Bild 3b dargestellt. Die Abkühlkurven zeigen das Auftreten einer Dampfphase. Die Dampfverkapselung führt zu Beginn des Abschreckprozesses zu einer schrittweisen Absenkung der Temperatur. Aus den Abkühlgeschwindigkeitskurven wird ersichtlich, dass das Stadium der Dampfphase bei Karanja-, Niem- und Mineralöl etwa 3,5 s, 4,3 s bzw. 8,6 s andauert

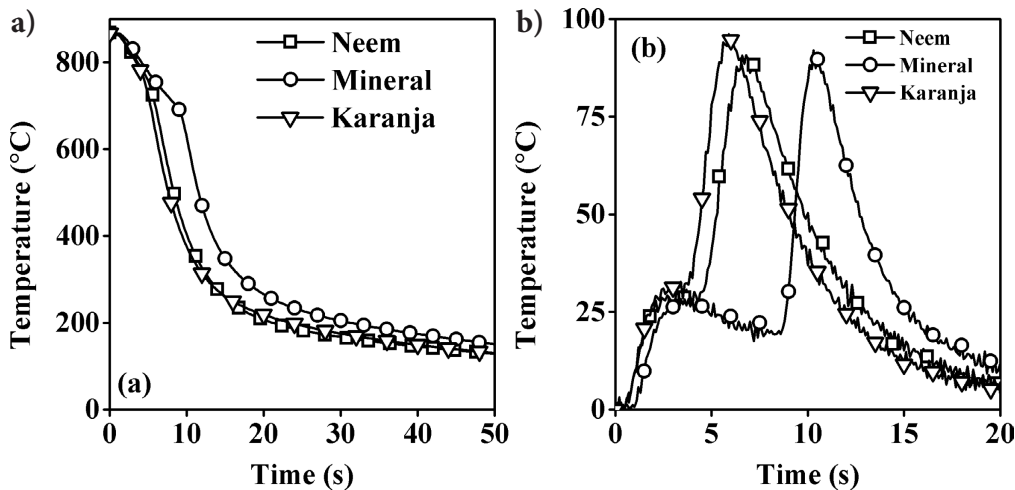


Fig. 3. a) Temperature vs. time and, b) cooling rate vs. time measured at the geometric centre of the Inconel probe

Bild 3. a) Temperatur gegen Zeit, b) Abkühlgeschwindigkeit gegen die Zeit, gemessen am geometrischen Zentrum der Inconel-Sonde

heat released was not adequate to sustain it. The collapse of the vapour facilitated fresh quench medium to contact the probe leading to increase in the rate of heat removal. This causes rapid rise in the cooling rate as seen from Figure 3b. The stage of rapid heat transfer is known as nucleate boiling stage. Numerous bubbles are formed during this stage causing significant increase in heat extraction. The cooling rate achieves its maximum during the nucleate boiling stage showing a distinct peak. Thereafter the rate of cooling again begins to drop and further cooling progresses by convective forces in the liquid medium bringing an end to the quenching process. The critical cooling parameters obtained during quenching of the probe are shown in the Table 1. 'CR_{max}' is the maximum cooling rate obtained during the quenching process and 'T_{max}' refers to the temperature at which the cooling rate becomes maximum. 'CR₇₀₅' is the cooling rate at 705 °C and it represents the temperature at which austenite in most steels transforms into ferrite and pearlite. 'CR₅₅₀' is the cooling rate at 550 °C and it is representative of the temperature near the nose of the TTT curve for many steels. 'CR₃₀₀' and 'CR₂₀₀' represents the temperatures in the region of martensitic transformation for many steels. Table 1 shows that the peak cooling rate during quenching in karanja oil was the highest. The peak cooling rate obtained with neem oil was comparable to that obtained during quenching in mineral oil. Quenching in vegetable oils showed higher cooling rates at 705 °C indicating lower amounts of ferrite and pearlite constituents in steel compared to quenching in mineral oil. The increased critical cooling parameters were observed during quenching in vegetable oil quenching media compared to mineral oil was due to their better thermophysical properties. The thermophysical properties of the oils are presented in Table 2. They show that the vegetable oils have higher flash and fire points compared to the mineral oil. The higher flash and fire point temperatures of the vegetable oil quench medium are advantageous as they can be

(Bild 3b). Mit fortschreitendem Wärmeverlust kann die Dampfphase aufgrund der nicht in ausreichendem Maß freigesetzten Wärmemenge nicht weiter aufrechterhalten werden. Durch den Zusammenbruch des Dampfes gelangt frisches Abschreckmittel an die Sonde, wodurch es zu einer Erhöhung der Wärmeabfuhrate kommt. Dies bewirkt einen massiven Anstieg der Abkühlgeschwindigkeit (Bild 3b). Dieses Stadium der schnellen Wärmeübertragung wird als Blasensieden bezeichnet. Während dieser Phase bilden sich zahlreiche Blasen, die zu einer erheblichen Steigerung des Wärmeabzugs führen. Die Abkühlgeschwindigkeit erreicht während des Blasensiedens ihr Maximum und weist einen klaren Spitzenwert auf. Danach sinkt die Abkühlgeschwindigkeit neuerlich ab. Die konvektiven Kräfte im Flüssigmedium bewirken einen weiteren Fortgang der Kühlung und schließlich das Ende des Abschreckprozesses. In Tabelle 1 werden die während des Abschreckens der Sonde erfassten kritischen Kühlparameter dargestellt. „CR_{max}“ bezeichnet die maximale Abkühlgeschwindigkeit während des Abschreckprozesses, „T_{max}“ bezieht sich auf jene Temperatur, bei der die Abkühlgeschwindigkeit ihren höchsten Wert erreicht. „CR₇₀₅“ gibt die Abkühlgeschwindigkeit bei 705 °C an und entspricht der Temperatur, bei der sich der Austenit in den meisten Stählen in Ferrit und Perlit umwandelt. „CR₅₅₀“ ist die Abkühlgeschwindigkeit bei 550 °C und gilt für die meisten Stahlsorten als repräsentativ für die Temperatur nahe der Nase der ZTU-Kurve. „CR₃₀₀“ und „CR₂₀₀“ bezeichnen bei der Mehrheit der Stähle die Temperatur in der Region der martensitischen Umwandlung. Aus Tabelle 1 geht hervor, dass der Spitzenwert der Abkühlgeschwindigkeit während des Abschreckens mit Karanjaöl am höchsten war. Die maximale Abkühlgeschwindigkeit unter Einsatz von Niemöl ist vergleichbar mit jener von Mineralöl. Das Abschrecken mit Pflanzenölen erreichte bei 705 °C höhere Abkühlgeschwindigkeiten, was darauf hinweist, dass im Vergleich zum Abschrecken in Mineralöl geringere Mengen an Ferrit- und Perlitbestandteilen im Stahl vor-

Quench Media	CR _{max} (°C/s)	T _{max} (°C)	CR ₇₀₅ (°C/s)	CR ₅₅₀ (°C/s)	CR ₃₀₀ (°C/s)	CR ₂₀₀ (°C/s)
Mineral	89.7	601.5	19.8	83.4	15.6	3.1
Karanja	95.3	644.7	85.9	80.5	21.6	5.0
Neem	90.2	625.5	76.7	80.2	25.1	5.3

Table 1. Critical cooling parameters obtained during quenching

Tabelle 1. Kritische Kühlparameter, die während des Abschreckens erhalten werden

Quenchant	Viscosity, $\times 10^{-3}$ (Pas)	Flash point ($^{\circ}\text{C}$)	Fire point ($^{\circ}\text{C}$)	Density (kg/m^3)	Thermal conductivity ($\text{W}/(\text{mK})$)
Mineral oil	94	238	244	873	0.132
Neem oil	81	332	360	808	0.154
Karanja oil	69	290	348	930	0.164

Table 2. Thermophysical properties of oil quench media

Tabelle 2. Thermophysikalische Eigenschaften von Ölabschreckmedien

operated within a wider temperature range compared to mineral oil quench medium. Karanja oil had the least viscosity followed by neem and mineral oils respectively. Neem oil had the least density followed by mineral and karanja oil respectively. The thermal conductivity of vegetable oils was found to be higher than the mineral oil. Images captured during spreading of oil drop on the Inconel surface are shown in Figure 4. A dispensed drop forms triple phase contact line at the liquid-air-substrate contact points. On contact with the substrate surface, the drop forms a spherical cap. As spreading progresses the height of the cap reduces while its diameter increases. The equilibrium contact angles at 1.7 s (at which $d\theta/dt < 0.001^{\circ}/\text{ms}$) after commencement of wetting were found to be 17° for the mineral oil while the corresponding values for neem and karanja oils were 21° and 24° respectively. The wetting angle measurements indicate better spreading of mineral oil compared to the vegetable oils. In general, quench medium with better wettability is preferred as it is perceived to remove heat more uniformly. Nevertheless, liquids that make a contact angle lower than 90° is believed to have good wettability. In this context, both karanja and neem oils perform satisfactorily concerning their ability to wet the surface of the metal.

liegen. Die verglichen mit Mineralöl während des Abschreckens in pflanzlichen Ölabschreckmedien beobachteten erhöhten kritischen Kühlparameter lassen sich auf deren bessere thermophysikalischen Eigenschaften zurückführen. Die thermophysikalischen Charakteristika von Pflanzenölen werden in **Tabelle 2** angeführt. Hier zeigt sich, dass die verwendeten Pflanzenöle höhere Flamm- und Brennpunkte als Mineralöl aufweisen. Die höheren Flamm- und Brennpunkttemperaturen der pflanzlichen Ölabschreckmedien erweisen sich als vorteilhaft, da hier im Gegensatz zu mineralischen Ölabschreckmitteln innerhalb eines breiteren Temperaturbereichs gearbeitet werden kann. Die niedrigsten Viskositätswerte zeigten sich bei Karanjaöl, gefolgt von Niemöl und Mineralöl. Die geringste Dichte wurde bei der Verwendung von Niemöl verzeichnet, gefolgt von Mineralöl und Karanjaöl. Die Wärmeleitfähigkeit der Pflanzenöle erwies sich gegenüber jener von Mineralöl als höher. **Bild 4** zeigt die während der Ausbreitung eines Öltropfens auf der Inconel-Oberfläche aufgezeichneten Bilder. Der aufgetragene Tropfen bildet eine Drei-Phasen-Kontaktlinie an den Kontaktpunkten des Flüssigkeit-Luft-Substrats. Bei Kontakt mit der Substratoberfläche nimmt der Tropfen eine Kalottenform an. Mit zunehmender Ausbreitung reduziert sich die Höhe der Kalotte

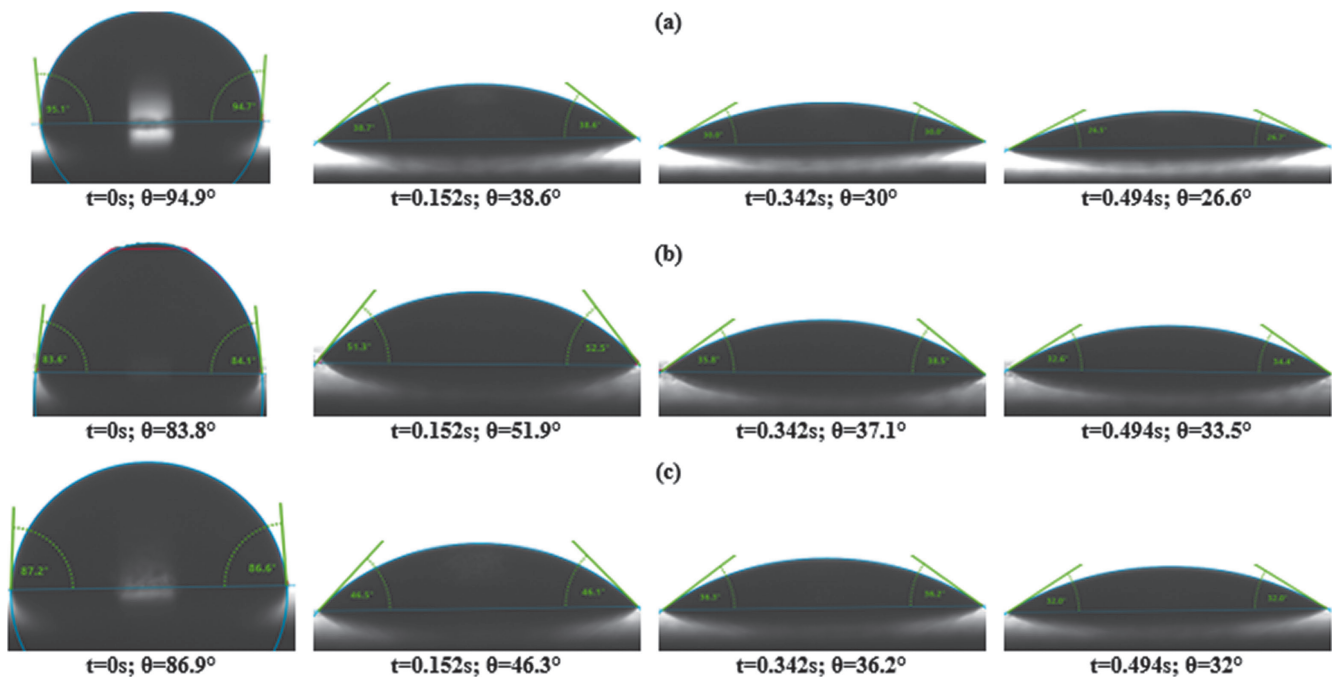


Fig. 4. Images of contact angle relaxation of a) mineral b) karanja and c) neem oil droplet during spreading on an Inconel substrate

Bild 4. Bilder der Kontaktwinkelrelaxation von a) Mineral- b) Karanja- und c) Niemöltröpfchen während der Ausbreitung auf einem Inconel-Substrat

3.2 Spatiotemporal heat flux

The plots of spatiotemporal heat flux as a function of calculated surface temperature (by inverse method) are shown in Figure 5. They show that initially the heat flux curves have a low value because of insulating nature of the vapour phase encapsulating the probe. The subsequent collapse of the vapour caused the heat flux to rise rapidly during the nucleate boiling stage and attain a peak value. After attaining a maximum value, the heat flux begins to drop and heat loss became gradual with continued cooling because of convection in the oil quench medium. Table 3 shows the peak heat flux obtained at the various heat flux segments (q_1 to q_4) during quenching in oil quench media. It shows that the average peak heat flux in the case of quenching with karanja oil was the highest followed by neem and mineral oil quench media respectively. The higher value of heat flux in the case of karanja and neem compared to mineral oil was due to better rewetting characteristics of these non-edible vegetable oils. Figure 6 shows the rewetting time and temperature at various locations along the quench probe surface during quenching. It shows that the rewetting time was the least for karanja oil (~2 s) followed by neem (~4 s) and mineral oil (~5 s) respectively with shorter rewetting time experienced by the probe at its bottom portion. The average rewetting temperature for karanja oil was seen to be higher at about 793 °C while that of mineral oil was as low as nearly 722 °C. Neem oil quenched Inconel probe showed an average rewetting temperature of 764 °C.

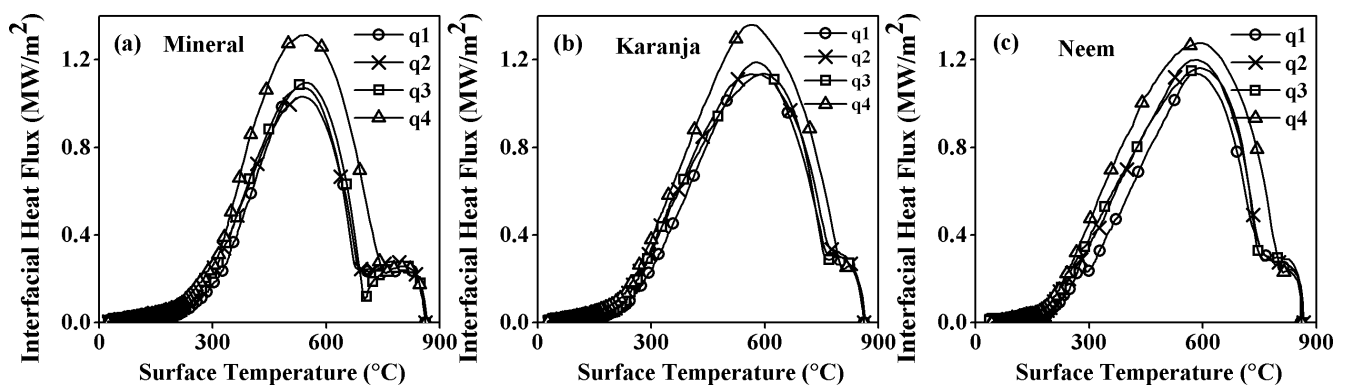


Fig. 5. Spatiotemporal heat flux transients obtained at the metal/quenchant interface during quenching of Inconel in (a) mineral (b) karanja and (c) neem oil quenching media

Bild 5. Wärmestromtransienten an der Metall/Abschreck-Grenzfläche während des Abschreckens von Inconel in a) Mineral- b) Karanja- und c) Niemöl-Abschreckmedien

bei gleichzeitiger Zunahme des Kalottendurchmessers. Die Gleichgewichtskontaktwinkel bei 1.7 s (wobei $d\theta/dt < 0.001^\circ/ms$) nach Beginn der Benetzung lagen im Fall von Mineralöl bei 17°, während für Niemöl und Karanjaöl ein Wert von 21° bzw. 24° erfasst werden konnte. Die Randwinkelmessungen deuten im Vergleich zu den Pflanzenölen auf eine bessere Ausbreitung des Mineralöls hin. Allgemein lässt sich festhalten, dass Abschreckmedien mit besserer Benetzbarkeit zu bevorzugen sind, da sie zu einer gleichmäßigeren Ableitung der Wärme beitragen. Dennoch wird auch Flüssigkeiten mit einem Kontaktwinkel von weniger als 90° eine gute Benetzungsfähigkeit zugeschrieben. Vor diesem Hintergrund zeigen sowohl Karanjaöl als auch Niemöl ein zufriedenstellendes Leistungspotenzial in Bezug auf die Benetzung der Oberfläche von Metallen.

3.2 Wärmefluss

Die Wärmefluss transienten als Funktion der berechneten Oberflächentemperatur (anhand der Inversionsmethode) sind in Bild 5 dargestellt. Daraus geht hervor, dass die Wärmeflusskurven aufgrund der Isolationswirkung der Dampfphase, die eine Verkapselung der Sonde bewirkt, anfänglich einen niedrigen Wert aufweisen. Der darauffolgende Zusammenbruch des Dampfes führt zu einem schnellen Anstieg des Wärmeflusses während des Blasen-siedens und zum Erreichen eines Maximalwertes. Nach Erreichen dieses Spitzenwertes beginnt der Wärmefluss zu fallen, durch die kontinuierliche Abkühlung aufgrund der Konvektion im Ölabschreckmedium kommt es zu einem schrittweisen Wärmeverlust. Tabelle 3 zeigt den maximalen Wärmefluss an den verschiedenen Wärmeflusssegmenten (q_1 bis q_4) während des Abschreckens in Ölabschreckmedien. Der höchste durchschnittliche Maximalwärmefluss konnte beim Abschrecken mit Karanjaöl erzielt werden, gefolgt von Niemöl und Mineralöl. Die höheren Wärmeflusswerte im Fall von Karanja- und Niemöl sind auf die besseren Wiederbenetzungseigenschaften dieser für den Menschen ungeeigneten Pflanzenöle zurückzuführen. In Bild 6 werden die Wiederbenetzungszeiträume und -temperaturen an verschiedenen Positionen entlang der Abschrecksondenoberfläche während des Abschreckprozesses veranschaulicht. Die niedrigste Wiederbenetzungsdauer wurde bei der Verwendung von Karanjaöl verzeichnet (~2 s), danach folgen Niemöl (~4 s) und Mineralöl (~5 s) mit kürzeren Wiederbenetzungsdauern im unteren Abschnitt der Sonde.

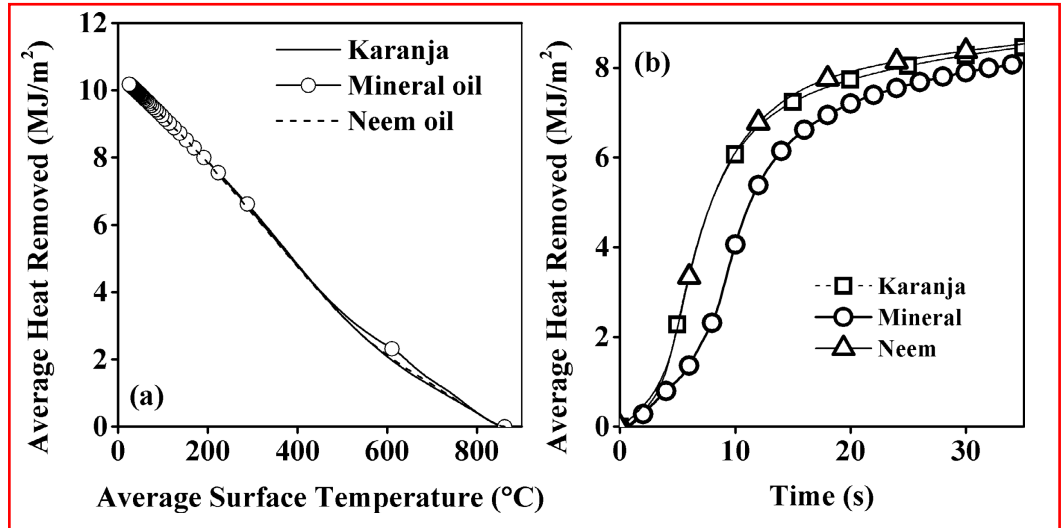
Table 3. Peak heat flux at various interfacial heat flux segments during quenching in oil quench media

Quench Media	q ₁	q ₂	q ₃	q ₄	Average
	(MW/m ²)				
Mineral	1.07	1.03	1.10	1.31	1.13
Karanja	1.19	1.14	1.14	1.36	1.21
Neem	1.14	1.20	1.16	1.28	1.20

Tabelle 3. Maximaler Wärmestrom an verschiedenen Oberflächensegmenten während des Abschreckens in Ölabschreckmedien

Fig. 6. Rewetting time and temperatures obtained at various locations along the quench probe surface during quenching in oil quench media

Bild 6. Wiederbenetzungszeit und -Temperaturen der an verschiedenen Stellen entlang der Abschrecksondenoberfläche während des Abschreckens verwendeten Medien



The average heat removed as function of average surface temperature and time are shown in Figure 7. Average heat removed with temperature (Figure 7a) showed that higher amount of heat was removed by the mineral oil compared to the vegetable oils near 600 °C. However, the rate at which heat was removed by mineral oil was slower than the vegetable oils as seen from Figure 7b. The distribution of temperature in the probe at 600 °C average surface temperature is shown in Figure 8. It shows that mineral oil cooled the bottom portion of the probe more uniformly at 600 °C average surface temperature as evident from the region represented by blue in the probe. The comparative slower quenching of the probe in mineral oil thus resulted in higher temperature gradient between the top and bottom portion of the probe. Quenching in vegetable oils was found to be more uniform along the length of the probe compared to mineral oil.

Die durchschnittliche Wiederbenetzungstemperatur lag für Karanjaöl mit rund 793 °C in einem höheren Bereich, während jene von Mineralöl lediglich einen Wert von annähernd 722 °C erreichte. Bei der mit Niemöl abgeschreckten Inconel-Sonde ergab sich eine mittlere Wiederbenetzungstemperatur von 764 °C.

Bild 7 zeigt die durchschnittliche abgeführte Wärme als Funktion der durchschnittlichen Oberflächentemperatur und Zeit. In Bezug auf die mit der Temperatur durchschnittlich abgeführten Wärme (Bild 7a) zeigt sich, dass bei knapp 600 °C Mineralöl einen höheren Wärmeabfuhrwert erzielt als Pflanzenöl. Wie aus Bild 7b hervorgeht, liegt jedoch die Geschwindigkeit der Wärmeabfuhr bei Verwendung von Mineralöl unter jener der Pflanzenöle. Bild 8 verdeutlicht die Temperaturverteilung in der Sonde bei 600 °C durchschnittlicher Oberflächentemperatur. Anhand der blauen Fläche in der Sonde wird ersichtlich, dass Mineralöl bei 600 °C durchschnittlicher Oberflächentemperatur den unteren Abschnitt der Sonde gleichmäßiger kühlt. Das vergleichsmäßig

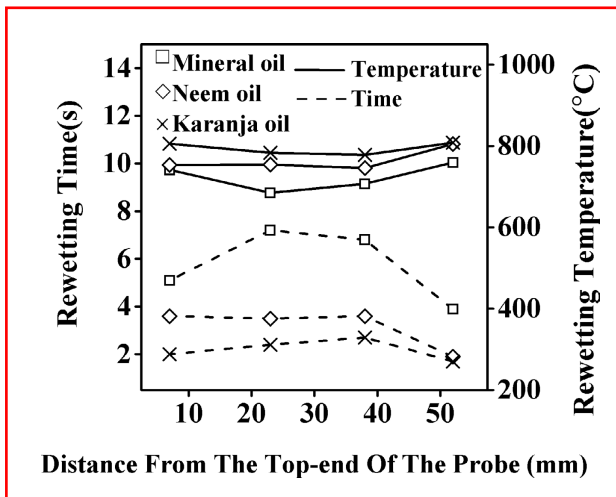


Fig. 7. a) Average heat removed as a function of average surface temperature, b) average heat removed vs. time during quenching in oil quench media

Bild 7. a) Abgeführte durchschnittliche Wärme als Funktion der durchschnittlichen Oberflächentemperatur, b) abgeführte durchschnittliche Wärme gegenüber der Zeit während des Abschreckens in Ölabschreckmedien

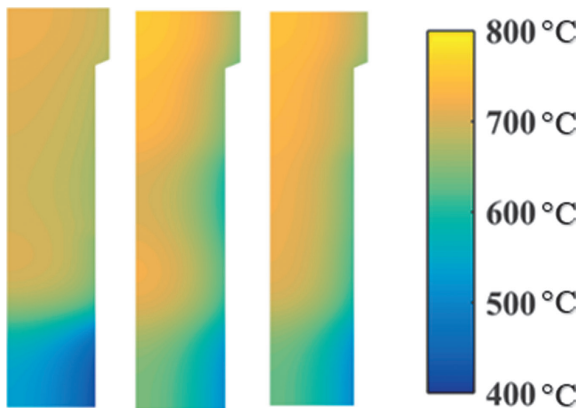


Fig. 8. Thermal profile in Inconel alloy during quenching in mineral, karanja and neem oils (from left to right) at average surface temperature of 600 °C

Bild 8. Thermisches Profil in Inconel-Legierung während des Abschreckens in Mineral-, Karanja- und Niemölen (von links nach rechts) bei einer durchschnittlichen Oberflächentemperatur von 600 °C

4 Conclusions

- Non-edible, biodegradable vegetable oils of karanja and neem oil quench media had shorter vapour phase stage compared to mineral oil quench medium.
- Non-edible vegetable oils have higher flash and fire temperatures compared to mineral oil implying possibility of wider operating temperature.
- The cooling characteristics of non-edible vegetable oils were found to be higher than that of the mineral oil.
- The rewetting parameters were found to be better for karanja and neem oils with lower rewetting times and higher rewetting temperatures compared to that of the mineral oil.
- Heat transfer was found to be higher with more uniform heat extraction with karanja oil followed by neem and mineral oils respectively.

References

- 1 Matijević, B.; Pedišić, L.; Vlašić, L.: The influence of quenchant composition on cooling rate. *HTM J. Heat Treatm. Mat.* 67 (2012) 2, pp. 100-105, DOI:10.3139/105.110140
- 2 Matijević B.; Župan, J.; Pedišić L.: Effect of composition on oil quenchant performance. *Int. Heat Treat. Surf. Eng.* 6 (2012) 1, pp. 15-18, DOI:10.1179/1749514811Z.0000000007
- 3 Ramesh, G.; Prabhu, K. N.: Wetting and cooling performance of mineral oils for quench heat treatment of steels. *ISIJ Int.* 54 (2014) 6, pp. 1426-1435, DOI:10.2355/isijinternational.54.1426
- 4 Rose, A.: Das Abkühlungsvermögen von Stahl-Abschreckmitteln (The cooling capacity of steel quenchant). *Arch. Eisenhüttenwes.* 13 (1940) 8, pp. 345-354, DOI:10.1002%2Fsrin.194000899
- 5 Totten, G. E.; Tensi, H. M.; Lainer, K.: Performance of vegetable oils as a cooling medium in comparison to a standard mineral oil. *J. Mater. Eng. Perform.* 8 (1999) 4, pp. 409-416, DOI:10.1361/105994999770346693
- 6 Fernandes, P.; Prabhu, K. N.: Effect of section size and agitation on heat transfer during quenching of AISI 1040 steel. *J. Mater. Process. Technol.* 183 (2007) 1, pp. 1-5, DOI:10.1016/j.jmatprotec.2006.08.028

4 Fazit

- Nicht essbare, biologisch abbaubare pflanzliche Karanja- und Niemöle weisen als Abschreckmedien im Vergleich zu Mineralöl eine kürzere Dampfphase auf.
- Für den menschlichen Verzehr ungeeignete Pflanzenöle haben gegenüber Mineralöl höhere Flamm- und Brenntemperaturen und bieten somit einen potenziell größeren Betriebstemperaturbereich.
- Nicht essbare Pflanzenöle zeigen im Vergleich zu Mineralöl bessere Kühleigenschaften auf.
- Verglichen mit Mineralöl erweisen sich die Wiederbenetzungsparameter von Karanja- und Niemölen mit niedrigeren Wiederbenetzungszeiträumen und höheren Wiederbenetzungstemperaturen als vorteilhafter.
- Karanjaöl erreicht bei der Wärmeübertragung die höheren Werte und eine gleichmäßigere Wärmeabfuhr als Niemöl, das diesbezüglich an zweiter und Mineralöl an dritter Stelle ist.

- 7 Vivek, A. K.; Gupta, A. K.: Biodiesel production from Karanja Oil. *J. Sci. Ind. Res.* 63 (2004) 1, pp. 39-47, open access
- 8 Dean, W.; Penha, R. N.; Canale, L. C. F.; Totten, G. E.; Sarmiento, G. S.; Ventura, J. M.: Simulation of heat transfer and residual stresses from cooling curves obtained in quenching studies. *J. ASTM Int.* 3 (2006) 5, p. 13614, DOI:10.1520/JAI13614
- 9 Kumar, T. S.: A serial solution for the 2-D inverse heat conduction problem for estimating multiple heat flux components. *Numer. Heat Transfer, Part B: Fundamentals*, 45 (2004) 6, pp. 541-563, DOI:10.1080/10407790490277940

Bibliography

DOI:10.3139/105.110365
 HTM J. Heat Treatm. Mat.
 73 (2018) 5; page XX-XX
 © Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG
 ISSN 1867-2493