



中华人民共和国国家标准

GB/T 30823—2014/ISO 9950:1995

测定工业淬火油冷却性能的镍合金探头 试验方法

Nickel-alloy probe test method for determination cooling characteristics of
industrial quenching oil

(ISO 9950:1995, Industrial quenching oil—

Determination of cooling characteristics—Nickel-alloy probe test method, IDT)

2014-06-24 发布

2014-12-31 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 9950:1995《测定工业淬火油冷却性能的镍合金探头试验方法》。

本标准中虽然保留了原国际标准中一些模拟电路的内容,由于已经不适应现在的需要,所以用户在使用本标准时,可以不必深究模拟电路的部分内容。

由于 ISO 9950:1995 标准至今现行未做修订,本标准的规范性引用文件仍沿用原国际标准的文件。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下:

——GB/T 261—2008 闪点的测定 宾斯基-马丁闭口杯法(ISO 2719:2002,MOD)

——GB/T 265—1988 石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法(ISO 2909:1981,MOD)

——GB/T 1884—2000 原油和液体石油产品密度实验室测定法(密度计法)(eqv ISO 3675:1998)

本标准对于个别符号和表述方式采用了中文的习惯性写法,以符合中文的表达规范。为便于使用,本标准做了如下编辑性修改:

——ISO 9950:1995 中规范性引用文件由于是注日期标准,因此本标准在表 1 中各引用标准改为注日期引用;

——采用我国现行的法定计量单位,将我国已废除的单位“ppm”改为“ 10^{-6} ”;

——图 1 的尺寸及标注按照我国机械制图的规定进行标注。

本标准由全国热处理标准化技术委员会(SAC/TC 75)提出并归口。

本标准主要起草单位:北京机电研究所、南京科润工业介质股份有限公司、好富顿(上海)高级工业介质有限公司、北京华立精细化工公司、天津热处理研究所有限公司。

本标准参加起草单位:中国第一汽车集团公司技术中心、长春一汽嘉信热处理科技有限公司、浙江双环传动机械股份有限公司、西安福莱特热处理有限公司。

本标准主要起草人:王耀、李俏、聂晓霖、姚继洪、林天泉、左永平、王水、陈士锋、宋宝敬、邢志松。

本标准参加起草人:汪玉喧、牟宗山、史天振、杨鸿飞。

引 言

在硬化钢材时,淬火通常是此类硬化过程的最关键工序。为了淬火,热处理工作者需要在不同类型的淬火介质如油、水基聚合物和乳化液之间选择。对每种类型介质,有许多不同的商品可供选用。由于热降解、污染及带出等原因,每种淬火介质在使用中的冷却性能均可能发生变化。

一些方法可用来评价淬火介质。间接试验,包括硬化某一种钢材试样,只能得到关于冷却性能的有限信息。直接试验最常用的方法被称为银球法,即将中心带有热电偶的银球加热并淬入待测淬火介质中,记录温度与时间的函数关系,且通常也记录银冷却速率与温度(或时间)的函数关系。

主要由于存在银球探头加工和测试结果评估的难题,几种改进的探头已经在使用,但基本方法是一样的。探头由各种材料及不同尺寸制成,形状通常是圆柱体。

为了能够在不同的实验室得到的测试结果及不同供应商提供的淬火介质技术说明之间进行比较,有必要使用标准的测试方法。因此,国际热处理联合会(IFHT)材料技术委员会淬火科学和技术专业组评估了现有的不同方法,为了推荐某种方法作为标准上取得一致,在一些国家安排了测试。此标准是该委员会的一项工作成果。

为与国际接轨,将 ISO 9950:1995 等同转化为 GB/T 30823—2014。

测定工业淬火油冷却性能的镍合金探头 试验方法

1 范围

本标准规定了使用镍合金探头测定工业淬火油冷却性能的试验室方法。测试在静态油中进行,可以在标准条件下对不同油品的冷却性能进行比较。测试结果与存在不同程度搅拌作用的工业淬火设备淬火速度之间的相关性还没有建立。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 2719:1988 石油产品和润滑剂使用 Pensky-martens 闭口杯测定闪点方法(Petroleum products and lubricants—Determination of flash point-Pensky-Martens closed cup method)

ISO 2909:1981 石油产品根据运动粘度计算黏度指数的方法(Petroleum products—Calculation of viscosity index from kinematic viscosity)

ISO 3104:1994 石油产品-透明和不透明液体 测定运动粘度和计算动力黏度的方法(Petroleum products—Transparent and opaque liquids—Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity)

ISO 3405:1988 石油产品馏程特性的测定方法(Petroleum products—Determination of distillation characteristics)

ISO 3675:1993 原油和液体石油产品 密度或相对密度的实验室测定 液体比重计方法(Crude petroleum and liquid petroleum products—Laboratory determination of density or relative density—Hydrometer method)

BS 1041, Part 4: 1966 热电偶(Thermocouples)

BS 4937, Part 4: 1973 镍铬-镍铝合金 K 型热电偶(Nickelchromium/nickel-aluminium thermocouples, Type K)

3 原理

一个几何中心装有热电偶的圆柱形镍合金试样(简称探头)在炉中加热到设定温度,然后放入一定体积的待测淬火油中。记录探头心部温度变化与时间的函数关系。

冷却速率也可以同时记录或以后确定。从记录中得到的测量值可用于评价待测淬火油。

4 标定淬火液

4.1 概述

推荐一种标定液用于探头(参见 5.2)初期、定期的标定。当标定液不使用时,应保存在密闭的容器

中。经 200 次淬火或保存期超过 2 年(以两者之中先到为准),标定液应更换。

4.2 物理特性

标定淬火液应是一种未混合的、直接蒸馏的、没有任何添加剂的高黏度指数石蜡基矿物油。其物理特性见表 1。

4.3 冷却特性

当进行标准淬火测试时,标定淬火液冷却特性的平均值应在表 2 所列的范围内。

表 1 标定淬火液的物理特性

物理特性	ISO 测试方法	最小值	最大值
40 °C 运动黏度 cSt ^a	ISO 3104:1994	19.0	23.0
100 °C 运动黏度 cSt ^a	ISO 3104:1994	3.9	4.4
运动黏度指数	ISO 2909:1981	95	105
15 °C 的密度 kg/L	ISO 3675:1993	0.855	0.870
闪点(Pensky-Martens 闭口杯法) °C	ISO 2719:1988	190	210
蒸发量为 5% 时的温度 °C	ISO 3405:1988	330	350
蒸发量为 50% 时的温度 °C	ISO 3405:1988	400	420
灰分 %	—	2	8
^a 1 cSt=10 ⁻⁶ m ² /s。			

表 2 标定淬火液的冷却特性

冷却性能		最小值	最大值
最大冷却速率 °C/s		47.0	53.0
冷却速率最大时的温度 °C		490	530
300 °C 时冷却速率 °C/s		6.0	8.0
探头从浸入温度到下列温度所用时间 s	600 °C	12.0	14.0
	400 °C	19.0	21.0
	200 °C	50.0	55.0

5 装置

5.1 容器

样品应装在清洁和干燥的高筒容器内,该容器直径为 $115\text{ mm} \pm 5\text{ mm}$,且由不易碎的材料制成。

5.2 探头

5.2.1 概述

探头是由几何中心装有热电偶的镍合金圆柱体和安装在它上面的镍合金支撑管构成,见图 1。

5.2.2 探头尺寸

探头直径为 12.5 mm ,长度 60 mm 。热电偶的热接点应在其几何中心,见图 1 b)。

5.2.3 探头材料

探头应由 Inconel 600¹⁾ 级镍铬铁合金或其他具有相同物理和热性能的材料制成。

单位为毫米

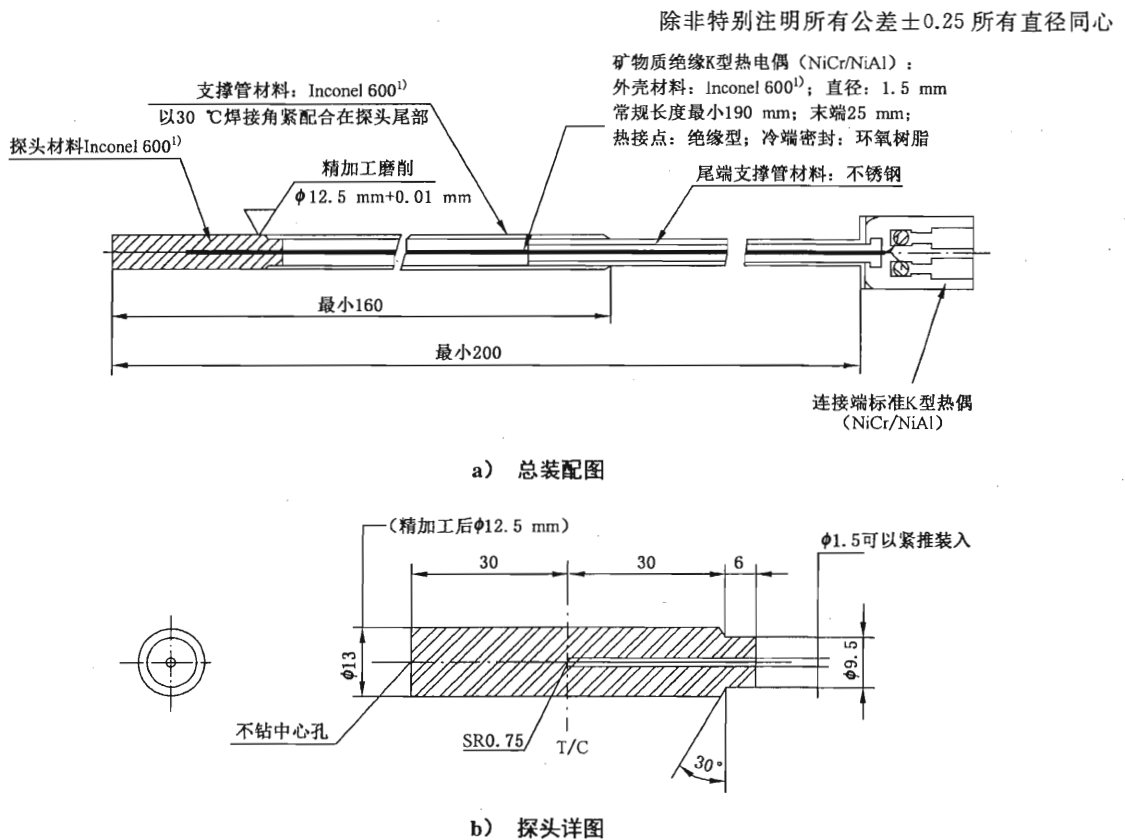


图 1 探头

- 1) 标准成分(质量分数,%): 镍+钴不小于 72; 铬 14~17; 铁 6~10; 碳不大于 0.15; 锰不大于 1; 硫不大于 0.015; 硅不大于 0.5; 铜不大于 0.5。

Inconel 是因康(Inco)集团公司提供产品的商品名称。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不是 ISO 指定产品。如果其他等效产品具有相同效果,则可使用这些等效产品。

5.2.4 热电偶

探头温度应由带有金属外壳的由矿物质隔离的绝缘型结点的镍铬-镍铝热电偶测量。热电偶的外径为 1.5 mm, 外壳材料为 Inconel 600 合金。

5.2.5 热电偶支撑管

热电偶支撑管应由外径为 12.5 mm 的 Inconel 600 或同等合金管制成。同时, 探头加上支撑管应具有 200 mm 的最小长度且典型长度是 355 mm。如果有必要, 可以使用加长的支撑管用于机械传动。如果有其他要求, 从探头末端 160 mm 处支撑管可用外径 10 mm 的不锈钢材料, 见图 1 a)。

5.2.6 装配

探头应根据图 1 a) 要求装配。热电偶应紧推装入探头本体中, 并且为保证热电偶顶端正确装入加工孔底部, 在装配其他部件之前, 热电偶先装入。

外层热电偶支撑管采用 TIG 焊法(钨极惰性气体保护焊, 下同)与探头本体焊接。TIG 焊法也用于随后设计中连接支撑管的零件。

为了延长探头寿命, 推荐热电偶接在图 1 a) 所示的插拔型联接插头上。很重要的一点是热电偶应具有足够的长度用来弥补热膨胀。

5.2.7 探头表面状态

5.2.7.1 新探头的初始化

为了得到稳定的结果, 新探头在初次使用前, 应用任意一种淬火油进行至少 6 次或者更多次的模拟淬火。通常, 将探头从炉温为 850 °C 的加热炉中直接移至矿物油中, 且在两次淬火之间探头应按 5.2.7.2 的要求进行清洗。

5.2.7.2 清洗

每次完成淬火实验后, 应将探头从油中移出并使它冷却到 50 °C 以下。使用一种适当的氯化物溶剂清洁探头表面, 然后用干的不起毛的布擦干。

5.2.7.3 修复

当最大冷却速率偏离初始化后达到稳定值的 $\pm 5\%$ 时, 应对探头进行修复, 见 5.2.7.1。

使用 600 号砂纸清理探头表面的疏松层, 然后多次(至少 6 次)直接从炉温为 850 °C 的加热炉中淬入油中模拟淬火, 直到在探头表面形成连续的氧化膜, 并得到在初始化后获得值范围之内可重复的结果。

5.3 加热设备

5.3.1 加热炉

加热炉应是电阻加热管型炉, 且可以水平或垂直安装。加热炉应能够在不小于 120 mm 的加热区内保持恒温。探头应放在加热区中心, 这样在 60 mm 长度范围内, 探头的温度变化不超过 ± 2.5 °C。

5.3.2 温度控制器

使用的温度控制器应能够保持加热炉在保温期间其加热区在 850 °C ± 5 °C 的范围内。

5.3.3 样品加热器

淬火油样品应能够在容器内(见 5.1)加热,推荐采用内电阻加热器。

5.4 传动结构

探头(见 5.2)从加热炉中(见 5.3.1)移到容器(见 5.1)内的时间应不超过 2 s,最好采用自动机构。探头应放置在淬火油样容积的几何中心,并且应使用机械支撑以防止探头振动和摆动。电子触发事件记录仪应放入系统中,以显示时间-温度曲线中探头接触油的瞬间时刻。

5.5 测量系统

5.5.1 概述

测量系统应能够提供每个待测淬火油样的冷却特性的永久记录,即得到探头温度与时间及冷却速率与温度变化的记录,见 8.1。

可以使用以下两种方法中的任何一种得到这种记录:

- a) 计算机技术;
- b) 具备电子微分器的标准记录技术。

5.5.1.1 计算机技术

采集探头热电偶的输出信号,数字化后存储到计算机内存中,采样频率不少于 20 次/s。

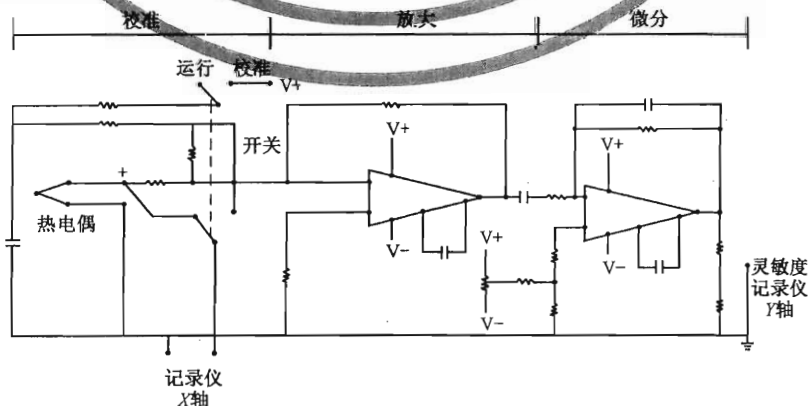
在测试期间或在测试后,使用绘图仪绘制温度与时间的函数关系。

冷却速率可通过探头热电偶输出信号与相应时间的数值微分计算出来,绘制出冷却速率与探头温度的函数关系。

5.5.1.2 标准记录技术

温度与时间的函数关系可通过 Y-t 记录仪记录探头热电偶输出信号得到。

绘制冷却速率与探头温度的函数关系需要一个电子微分器,图 2 所示为微分器的典型电路图,它产生一个正比于探头热电偶输出值随时间变化的速度信号,使用 X-Y 记录仪,记录该速度信号与相对应探头温度的关系。



注:所有寄存器和电容的温度系数为 $\pm 0.000\ 1/^{\circ}\text{C}$ 。

图 2 含微分器的典型电路

5.5.2 精度

测量系统总的精度不应低于已考虑热电偶校准影响的记录值的 $\pm 2.5\%$ 。

下面仪器指标表明最低要求。

5.5.2.1 微分器

电子微分器(图 2)应满足如下要求:

- a) 应能接收最小 20 mV/s 的输入;
- b) 在输入 20 mV/s 时,输出应不小于 100 mV,且时间常数的温度系数不大于 $\pm 0.000\ 1/^{\circ}\text{C}$;
- c) 应装有时间常数不大于 0.1 s 的高频滤波装置;
- d) 输出电压的漂移在 15 min 范围内不超过满刻度的 1%。

5.5.2.2 记录仪器

5.5.2.2.1 概述

为了精确分析记录数据,要求将所有的实验结果绘制在标准比例刻度图上。因此,在 5.5.2.2.2 和 5.5.2.2.3 中,描述了确定这种刻度图技术规格的推荐系统。但是,为了便于灵活选择仪器,在 5.5.2.2.4 中建议可选用率 Y-t 记录仪。

5.5.2.2.2 冷却速率与温度的函数关系

用于记录冷却速率与温度的函数关系的 X-Y 记录仪应满足以下最低指标:

- a) 灵敏度:温度:0.2 mV/mm;速度:5 mV/s 或 10 mV/s 或 20 mV/s 应占用 250 mm 长;
- b) 线性度:等于或高于 0.1%;
- c) 可重复性:等于或高于 0.5%;
- d) 记录速度:最小 200 mm/s。

5.5.2.2.3 温度与时间的函数关系

记录温度与时间的函数关系的 Y-t 记录仪应满足以下最低指标:

- a) 灵敏度:等于或高于 0.2 mV/mm;
- b) 线性度:等于或高于 0.1%;
- c) 精确度:等于或高于 0.5%;
- d) 记录速度:最小 200 mm/s;
- e) 曲线速度精度:1%;
- f) 仪器应装有一个事件记录器,以便于记录探头接触淬火油的瞬间。

5.5.2.2.4 替代系统

一个两笔或两个一笔的 Y-t 记录仪可以作为替代系统使用。记录仪应具备 5.5.2.2.3 中所规定的性能。

5.6 电位差计

用于检查记录仪及微分器温度和速度轴的标距。

5.7 秒表

用于检查记录仪及微分器记录纸的速度。

6 采样

需要用 2 L 淬火油样品,采集油样需认真操作以保证其具有代表性。为避免污染,盛油样的容器应是清洁和干燥的。

7 测试过程

7.1 测试次数

为了得到可重现 3 次的结果,同一油样测试应重复两次。

7.2 测试温度

7.2.1 探头温度

标准的探头温度应为 $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。在空气中,探头被加热到 $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,且测试开始前,探头应在此温度保持 5 min。

每次实验时,依据 Y-t 记录仪的温度轴(见 5.5.2.2.3),再考虑冷端补偿和探头热电偶校准显示的误差进行适当的修正(见 7.3.1),以确定探头温度值。实验前,冷端及探头热电偶校准值应记录在表格上。

7.2.2 样品的温度

淬火油样品应在指定产品使用的温度范围内测试。

淬火油的温度可以选择以满足个别要求。为便于比较,除非特别强调,推荐测试油温在 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下进行。

测试开始时,淬火油温度应在设定测试温度的 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之内。

为了减少热梯度,淬火油样在加热期间应适当搅拌,且测试开始前检查油样温度。测试应在静止的油样中进行。

7.3 校准

7.3.1 探头热电偶校准

7.3.1.1 概述

将已校正过的热电偶捆绑在探头的外表面,将探头加热到测试温度来校准探头热电偶,见 5.2.4。

当探头温度达到平衡时,使用电位差计比较两个热电偶的输出。在测定温度 $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内,如果探头热电偶的输出误差超过给定值的 $\pm 2\%$,则探头就要报废。7.3.1.3 中说明了较小误差的补偿方法。

7.3.1.2 重新校准的频率

新探头在使用前按 7.3.1.1 要求进行校准;对于在用的探头,在不超过 25 测试开始之前要进行校准;对于正常使用的探头,在每 25 次测试之后进行校准。

7.3.1.3 误差的补偿

测试开始前记录校准时确定的误差,在计算探头温度值和确定测试结果数据时予以考虑。

7.3.2 记录仪和微分器的校准

7.3.2.1 温度轴

每次测试开始前检查零点的设置。

连续测试开始前利用电位差计(见 5.6)检查表格的刻度。例如,输入 34 mV 给出 170 mm 的偏移。

7.3.2.2 速度轴

微分器应包括一个完整的校准装置或具备通过外部测试设备校准的能力。

每次连续实验开始前检查微分器的校准。5 mV/s、10 mV/s、20 mV/s 的输入速率应能给出选定的 250 mm 的图表刻度。

每次测试开始前,检查零点的设置。

7.3.2.3 时间轴

每次连续测试开始前,用秒表(见 5.7)检查记录纸的速度。

7.4 测试

将待测淬火油样(见第 6 章)放入容器(见 5.1)中,如果有必要,将油样调整到 7.2.2 要求的测试温度。加热期间为减少热梯度应搅拌淬火油样。

将已经初始化的、清洁的和校准过的探头(见 5.2)放入加热炉中(见 5.3.1),加热到设定温度(见 7.2.1)。

在淬火前断开加热炉电源(为了避免可能对控制系统的干扰),放下记录笔,移动探头从炉中到淬火油样中,确保事件触发器记录探头与油样接触的瞬间。

当探头温度降到 200 °C 或指定测试所要求的低温值时,关上记录仪和微分器(见 5.5),将探头从油中移出,完成指定的清洗过程(见 5.2.7)。

8 结果表示

8.1 冷却曲线

如图 3 所示,绘制温度-时间和温度-冷却速率的函数关系。

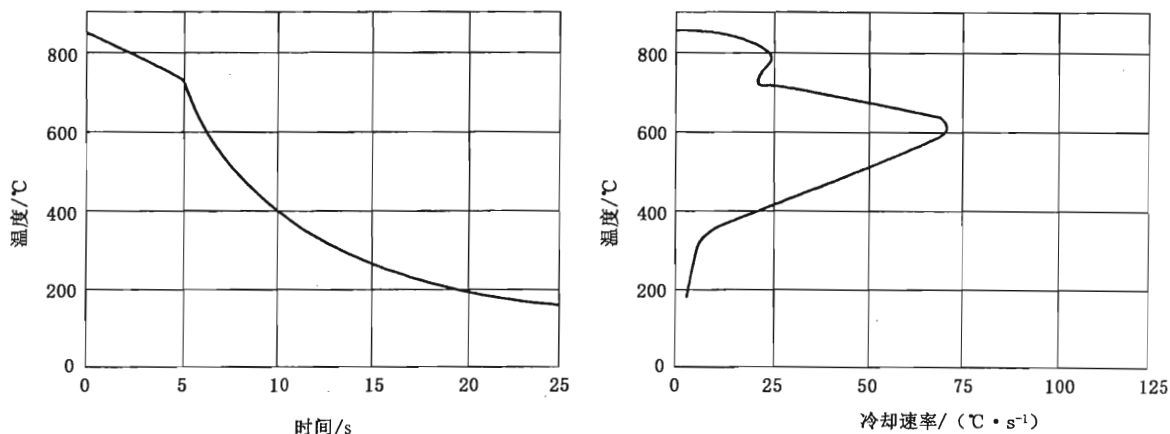


图 3 在淬火油中冷却的测试探头典型的温度-时间和温度-冷却速率曲线

8.2 冷却时间

根据绘制的温度-时间的函数关系,按 7.3.1.2 所述,用冷端及热电偶校准因子修正,读出如下数据。

探头从浸入温度降到下列温度所用时间:

- a) 600 °C(精确到 0.5 s);
- b) 400 °C(精确到 0.5 s);
- c) 200 °C(精确到 1 s)。

8.3 冷却速率

根据绘制的冷却速率-温度的函数关系,按照 7.3.1.2 所述,采用冷端和热电偶校准因子修正,读出如下数据:

- a) 最大冷却速率(精确到 0.5 °C/s);
- b) 发生最大冷却速率时所在温度(精确到 0.5 °C);
- c) 在 300 °C时的冷却速率(精确到 0.5 °C/s)。

9 测试报告

测试报告应包括如下内容:

- a) 淬火油样的完整评定;
 - b) 参考本标准标准号,如 GB/T 30823—2014;
 - c) 结果及所用的表示方法(见第 8 章);
 - d) 在测试期间注意到的异常特性;
 - e) 根据合同和其他要求,与标准程序的差异。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
测定工业淬火油冷却性能的镍合金探头
试验方法

GB/T 30823—2014/ISO 9950:1995

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 18 千字
2014年9月第一版 2014年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-49717 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 30823-2014