

## Influence of different heat treatments on $T_{SP}$ transition temperature

### Vliv různých tepelných zpracování na změnu tranzitní teploty $T_{SP}$

Ing. Jan Kander<sup>1,2</sup>; Ing. Ondřej Dorazil<sup>1</sup>; doc. Ing. Petr Jonšta, Ph.D.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Pohraniční 693/31, Vítkovice, 703 00 Ostrava, Česká republika

<sup>2</sup> Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, Fakulta materiálově-technologická, 17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba, Česká republika

*Influence of different heat treatments (post weld heat treatment, quenching + tempering) on transition temperature  $T_{SP}$  evaluated by small sample method was determined experimentally.  $T_{SP}$  was evaluated by two different methods, an older one based on fitting two exponential curves on dataset and the newer attitude determined by EN 10 371 based on fitting hyperbolic tangent through dataset. Experimental material was heat exchanger cover plate made of 1Cr – 0.5Mo steel of 215 mm total thickness with austenitic cladding, because of the thickness  $T_{SP}$  was evaluated from three different areas on the cover plate – under the surface (S), mid-thickness (M), under the cladding (C). From these locations 40 × 70 × 180 mm blocks were taken and submitted to abovementioned heat treatments, electrical discharge machining was then used to prepare small specimens for transition temperature evaluation. Main motivation for evaluating the transition temperature was repairment of the cover by welding, while trying to maintain or better the  $T_{SP}$ . The post weld heat treatment showed almost no change to the transition temperature, best results by far were achieved by quenching and tempering, which successfully lowered the  $T_{SP}$  regardless the evaluation method.*

**Key words:**  $T_{SP}$  transition temperature; heat treatment; small punch test; 1Cr-0.5Mo steel

*Experimentálně byla ověřován vliv různých tepelných zpracování (žhání na snížení pnutí po svaření, zušlechtnění) na posuv tranzitní teploty  $T_{SP}$  stanovené pomocí metody malých vzorků a vyhodnocené dvěma různými postupy. Starší metoda je založena na proložení experimentálních dat dvěma exponenciálními křivkami a novější metoda přijatá v nově zavedené evropské normě EN 10 371, která prokládá tato data hyperbolickou tangentou. Jako experimentální materiál bylo použito víko tepelného výměníku vyrobené z oceli typu 1Cr – 0.5Mo o celkové tloušťce 215 mm opatřené austenitickým návarem, což bylo důvodem pro stanovení tranzitní teploty ve třech různých místech víka, a to pod povrchem (S), ve středu tloušťky víka (M) a pod austenitickým návarem (C). Z těchto lokalit byly odebrány vzorky velikosti přibližně 40 × 70 × 180 mm, které byly podrobeny výše uvedeným tepelným zpracováním a následně z nich byly pomocí elektrojiskrového obrábění připraveny malé vzorky pro stanovení tranzitní teploty  $T_{SP}$ . Hlavní motivací pro stanovení tranzitní teploty byla nutnost opravy víka svařováním, přičemž zároveň mělo dojít k nezměně nebo zlepšení křehkolomových vlastností. Žhání ke snížení pnutí neprokázalo téměř žádnou změnu tranzitní teploty, zcela nejlepších výsledků bylo však dosaženo zušlechtněním oceli, které dokázalo tranzitní teplotu snížit vždy a ve všech lokalitách. Metoda stanovení tranzitní teploty pomocí proložení dat hyperbolickou tangentou se zdá být více přímočará a mnohem méně náročná na zkušenost uživatele. Pomocí obou použitých metod se podařilo zachytit stejný trend poklesu tranzitní teploty po zušlechtnění oceli a lze je tedy obě použít k jejímu úspěšnému vyhodnocení.*

**Klíčová slova:** tranzitní teplota  $T_{SP}$ ; tepelné zpracování; metoda malých vzorků; ocel 1Cr-0.5Mo

## 1. Introduction

The principle of small punch test (SPT) is the penetration of small round specimen of  $d = 8$  mm and thickness = 0.5 mm [1, 2, 3]) by punch (2 or 2.5 mm in diameter [1, 4]) as demonstrated in Figure 1. During the test the applied force and displacement of the punch tip or deflection of the sample are measured and the force-displacement (deflection) curve is plotted. This curve can be divided into five separate regions in terms of material behaviour [5] (Fig. 2):

- (1) Elastic region
- (2) Elastic-plastic transition (departure from linearity)
- (3) Local bending, transition into membrane stress regime
- (4) Membrane stress regime
- (5) Final failure

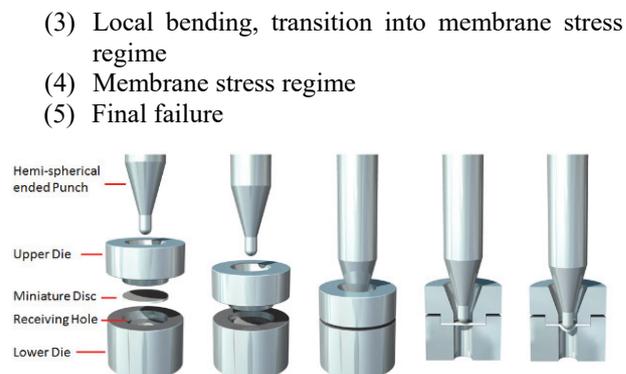


Fig. 1 SPT method principle [5]

Obr. 1 Schematicky znázorněný princip metody SPT [5]

Following characteristics used for mechanical and other properties estimation are determined from the abovementioned curve [1, 6]:

- **Fe** – the elastic-plastic transition force in the small punch test which characterizes the transition from linearity to the stage connected with the development of plastic deformation through the whole thickness of the sample. This value corresponds to the yield strength in the conventional tensile test and it is defined as the point of intersection of two constructed tangents (one of initial stiffens and second of steady-state plastic stretching) (N).
- **Fm** – the maximum force during the test which corresponds to the load at the tensile strength in the conventional tensile test (N);
- **dm** – the displacement of punch tip which corresponds to the force Fm (mm).
- **ESP** – surface below the force-displacement curve, calculated up to the Fm point (mJ).

Two different approaches can be used for evaluating the  $T_{SP}$  transition temperature. First approach can be called two-curve method. This method is based on fitting both the lower and upper shelf energy data by an exponential curve. The maximum energy  $E_{max}$  is defined as the intersection of the two curves and minimum energy  $E_{min}$  is obtained from fitting parameters. The  $T_{SP}$  is then defined by the following equation (1) [1, 7, 8]:

$$T_{SP} = 0.5 \cdot (E_{max} - E_{min}) \quad (K) \quad (1)$$

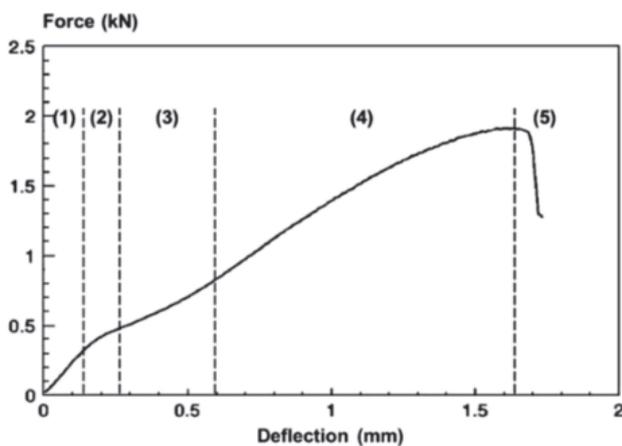


Fig. 2 Typical force-displacement curve obtained from the SPT [5]  
Obr. 2 Typická křivka získaná pomocí SPT [5]

The second approach for obtaining the  $T_{SP}$  transition temperature can be called tanh fit method. This method is based on the dataset being fitted with hyperbolic tangent described by Eq. 2 [1, 8]:

$$E_n = A + B \cdot \tanh \left[ \frac{T - T_0}{C} \right] = \frac{E_{US} + E_{LS}}{2} + \frac{E_{US} - E_{LS}}{2} \cdot \tanh \left[ \frac{T - T_0}{C} \right] \quad (mJ/N) \quad (2),$$

where  $E_n$  is normalized energy defined as  $E/F_m$ ,  $E_{US}$  is upper shelf energy,  $E_{LS}$  is lower shelf energy, coefficients

$A$ ,  $B$ ,  $C$  and the  $T_0$  must be determined by use of the least square method as Eq. (3) suggests [1, 8].  $T_{SP}$  is then defined as the inflection point of this hyperbolic tangent.

$$\sum_{i=1}^N \left[ A + B \cdot \tanh \left[ \frac{T - T_0}{C} \right] - E_n \right]^2 \rightarrow Min \quad (3)$$

## 2. Experimental procedures

The evaluated sample was a cover plate of the channel of a heat exchanger. It is the first heat exchanger downstream the hydrotreatment reactor, cooling down the reactor effluent by heating up the reactor feed. Reactor effluent is in the tube side. The exchanger was built in 1968. The plate was made of 1%Cr-0.5Mo low alloyed steel (precise chemical composition is stated in Tab. 1) and was clad on internal, process side with austenitic stainless steel. The total plate thickness was 215 mm with 3 mm cladding. The operating parameters were 370 - 400 °C and 60 bar.

The goal was to repair the cover plate without negative influence on material properties and especially on raising the transition temperature. The transition temperature of small punch tests ( $T_{SP}$ ) of heat exchanger plate was evaluated on delivered sample in three different conditions of heat treatment:

- 1 – in the as-delivered state,
- 2 – after simulated post weld heat treatment (PWHT) at 680 °C/1.5h/furnace,
- 3 – after quenching and tempering (920 °C/1h/oil + 710 °C/2h/air).

Dimensions of blocks used for heat treatment were around 40 × 70 × 180 mm. Because of the large thickness of the plate, the  $T_{SP}$  was evaluated in 3 different locations of the heat exchanger cover plate in each heat treatment condition by 2 mm punch. These locations were defined as **C** (under the cladding), **M** (in mid-thickness) and **S** (approximately 4 mm under the outer surface to best simulate real sampling for SPT via specialized scoop – Fig. 3).  $T_{SP}$  values for different evaluation methods and locations are listed in Tab. 2.

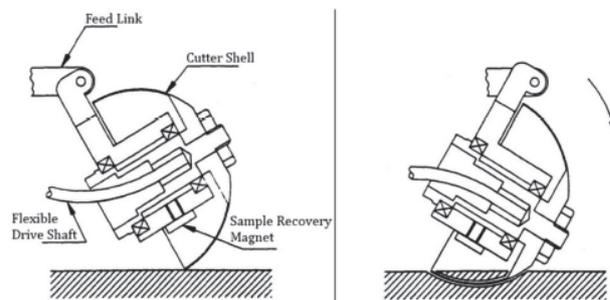


Fig. 3 Scoop for on-site SPT sampling [1]  
Obr. 3 Odběrové zařízení pro SPT [1]

Tab. 1 Chemical composition of the cover plate  
Tab. 1 Chemické složení krycího víka

Element	C	Mn	Si	P	S	Cu	Cr	Ni	Mo
[wt. %]	0.13	0.60	0.22	0.010	0.015	0.18	1.00	0.22	0.51

### 3. Experimental results and discussion

Regardless of evaluation method, the  $T_{SP}$  in every location is lower after quenching and tempering (state 3) than in as delivered state (state 1) – see Figs. 4, 5 and Tab. 2, meaning the material is more ductile in state 3. However, depending on the evaluation method the  $T_{SP}$  raised or lowered slightly in samples after simulated PWHT. When using the two-curve method the  $T_{SP}$  after simulated PWHT (state 2) is lower under the clad (location C), but higher in mid-thickness (location M) and under the surface (location S) compared to as delivered state (state 1). Whereas when using the tanh fit, the values of  $T_{SP}$  in state 2 are lower in all locations compared to state 1. The effect of simulated PWHT on changing the  $T_{SP}$  is therefore minor compared to quenching and tempering which proved to lower the transition temperature in every case.

Tab. 2 Evaluated  $T_{SP}$  values  
Tab. 2 Stanovené hodnoty  $T_{SP}$

Sample	Location	$T_{SP}$ – two curve evaluation	$T_{SP}$ – tanh fit
		[K]	
1 – as received	C	131	116
	M	123	121
	S	126	122
2 – simulated PWHT	C	119	113
	M	135	115
	S	131	114
3 – quench + temper	C	109	98
	M	121	111
	S	109	102

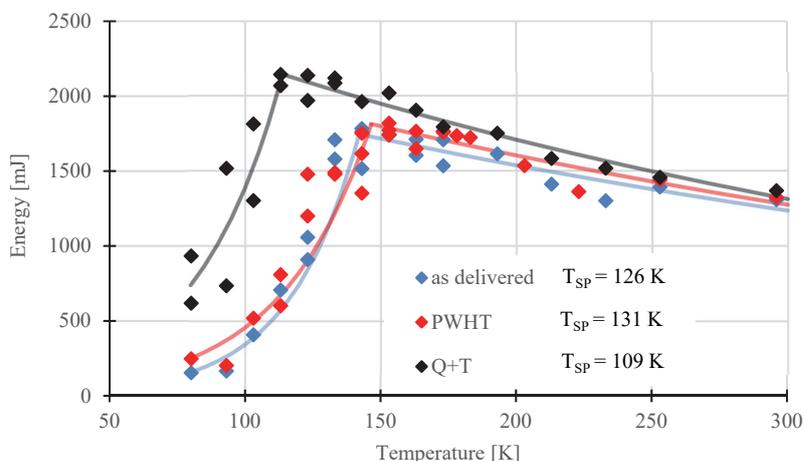


Fig. 4 Influence of heat treatment on  $T_{SP}$  in the lid surface location evaluated by two-curve method  
Obr. 4 Vliv tepelného zpracování na  $T_{SP}$  v povrchové oblasti víka hodnocený metodou dvou křivek

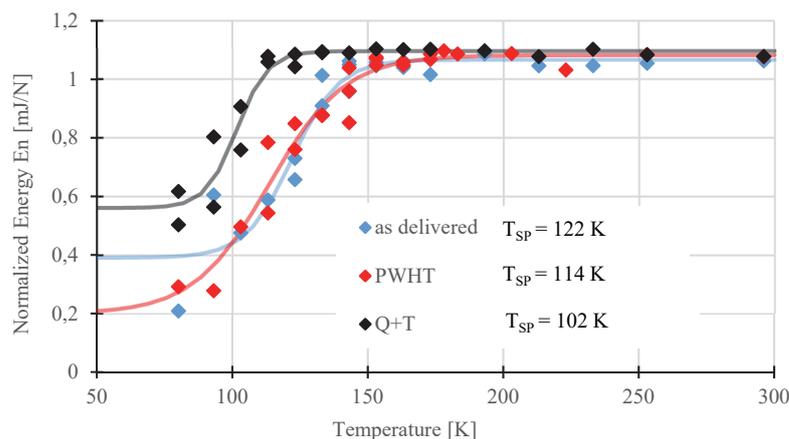


Fig. 5 Influence of heat treatment on  $T_{SP}$  in the lid surface location evaluated by tanh fit method  
Obr. 5 Vliv tepelného zpracování na  $T_{SP}$  v povrchové oblasti víka hodnocený proložení hyperbolicou tangentou

### 4. Conclusion

The comparison of the experimental results proved that there is only small difference between transition temperature of surface and mid thickness region of the heat

exchanger cover plate in all states investigated. Therefore, sampling from surface represents  $T_{SP}$  of the whole part very well. Both evaluation methods managed to capture decrease in  $T_{SP}$  after quenching and tempering almost equally well. There are differences when it comes to

PWHT. It might be because the changes in microstructure after PWHT are not as great as after quenching and tempering so it is much harder to record them with SPT being quite a location sensitive method. Tanh fit method seems to be more direct and less user dependent than the two-curve method.

### Acknowledgement

„This paper was created as a part of the drawing and use of institutional support for Long-term and conceptual development of a research organization in 2023, provided by the Ministry of Industry and Trade of the Czech Republic.“

### References

- [1] EN 10371. *Metallic materials – Small punch test method*. Belgium: European committee for standardization, 2021.
- [2] GUAN, K., WANG, D., DOBROVSKÁ, J. and MATOCHA, K. Evaluation of the ductile-brittle transition temperature of anisotropic materials by small punch test with un-notched and U-notched specimens. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*. 102 (2019), 98–102.
- [3] ARANKUMAR, S. Overview of small punch test. *Met. Mater. Int.* 26 (2020), 719–738.
- [4] MATOCHA, K. Hodnocení mechanických vlastností konstrukčních ocelí pomocí penetračních testů. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2010. 73 p. ISBN 978-80-248-2223-5.
- [5] LUCON, E., BENZING, J. and HRABE, N. Development and Validation of Small Punch Testing at NIST. *NISTIR 8303* (2020).
- [6] BRUCHHAUSEN et al. Recent developments in small punch testing: Tensile properties and DBTT. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*. 86 (2016), 2–10.
- [7] CWA 15627:2007 D/E/F. *Small Punch Test Method for Metallic Materials*. European Committee for Standardization, Brussels, Belgium, 2007
- [8] ALTSTADT, E. et al. Use of the small punch test for the estimation of ductile-to-brittle transition temperature shift of irradiated steels. *Nuclear Materials and Energy*. 26 (2021).

## Obchodník s ocelí Buhlmann získává Lisega

Společnost Buhlmann Rohr-Fittings-Stahlhandel sází na diverzifikaci svého produktového portfolia. Nejnovějším opatřením je nákup všech akcií společnosti Lisega, mezinárodního poskytovatele průmyslových potrubních nosných systémů. Vlastníkem řízená rodinná firma ze Zevenu se po schválení antimonopolním úřadem stane 1. ledna 2024 součástí skupiny Buhlmann Group se sídlem v Brémách. Obě strany se dohodly, že kupní cenu nezveřejní. Prostřednictvím akvizice Buhlmann rozšiřuje své produktové portfolio o potrubní nosné systémy a vibrační techniku. Kromě toho společnost jako specialista na skladování vstupuje do vlastního výrobního podnikání převzetím sedmi výrobních závodů Lisega. Lisega, dle vyjádření společnosti Buhlmann, zůstane lokálně i globálně stejně zavedená jako dříve.

Buhlmann Group je mezinárodně aktivní obchodní společnost pro ocelové trubky, potrubní příslušenství, armatury a ventily, která je od svého založení v roce 1945 v rodinném vlastnictví. Sortiment 65 000 tun zahrnuje svařované a bežešvé ocelové trubky, tvarovky, příruby a ventily pro použití v náročných prostředích, jako je chemické a rostlinné inženýrství, ropný a plynárenský průmysl a aplikace na moři. Buhlmann nyní zaměstnává přes 750 lidí v 16 zemích a v posledním finančním roce dosáhl obrátu 456,7 milionů eur.

Skupina Lisega, založená v roce 1964 jako rodinný podnik, je předním poskytovatelem průmyslových potrubních nosných systémů. Společnost dle vlastních informací nabízí celosvětově nejkompexnější modulární program držáků trubek a dodává technická řešení pro všechny běžné průmyslové aplikace. Skupina má sedm výrobních míst po celém světě a 13 prodejních poboček. Sortiment zahrnuje desítky tisíc standardizovaných položek se zaměřením nejen na potrubní montážní systémy, ale také na vibrační techniku. Lisega dosáhla ve finančním roce 2022 roční obrát 144,6 milionu eur.

Zdroj: *stahleisen.de*

## Japonská společnost Nippon Steel se chystá získat US Steel a zvýšit tak výrobní kapacitu na 86 mil. t/rok

Největší japonský výrobce oceli, Nippon Steel, uvedl 18. prosince 2023, že získá US Steel se sídlem v Pensylvánii za částku rovnající se více než 14 miliardám dolarů, což by podle společnosti Nippon Steel pomohlo zvýšit její roční kapacitu výroby surové oceli na 86 milionů tun/rok. Úspěšná transakce by podle výpočtů založených na údajích Světové ocelářské asociace mohla ze spojeného subjektu učinit třetího největšího světového výrobce oceli po čínské skupině Baowu a lucemburském Arcelor Mittal. Tento krok by dále diverzifikoval globální stopu společnosti Nippon Steel výrazným rozšířením její současné výroby a také urychlil její pokrok směrem ke strategickému cíli 100 milionů t/rok celosvětové kapacity surové oceli.

Obě společnosti uvedly, že očekávají uzavření obchodu ve druhém nebo třetím čtvrtletí roku 2024.

Zdroj: *spglobal.com*