

# ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE BANHOS CRIOGÊNICO E SUB-ZERO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO H13<sup>1</sup>

*Sandra dos S.Vales<sup>2</sup>  
Lucas Ceschin<sup>3</sup>  
Lauralice de C. F. Canale<sup>4</sup>*

## **Resumo**

O trabalho consiste no estudo das características apresentadas no aço ferramenta AISI H13 tratado termicamente utilizando a têmpera e o revenido convencionais e tratamentos sub-zero e criogênico. Os ciclos térmicos tiveram diferentes tempos de permanência a baixas temperaturas: 5 minutos, 1 hora, 6 horas e 24 horas. Pretendeu-se comparar as microestruturas, durezas, resultados de impacto e alterações dimensionais para os diferentes ciclos de tratamento térmico. Análise por difração de raios X complementou os estudos microestruturais permitindo verificar a quantidade de austenita retida para as condições estudadas. Adicionais ensaios de abrasão a 2 corpos permitiram avaliar esta característica. Os resultados foram analisados, comparados e discutidos, concluindo-se que o tratamento criogênico de 24 horas é o mais efetivo, porém o seu tempo de manutenção é muito elevado. Os tratamentos criogênicos de 5 minutos, 1 hora e 6 horas apresentaram resultados positivos e muito semelhantes. Devido ao tempo de manutenção do tratamento tem uma significativa influência no custo do processo de tratamento térmico, o tratamento criogênico de 5 minutos é considerado o mais viável.

**Palavras-chave:** Tratamento térmico; Aço H13; Criogenia; Sub-zero.

## **INFLUENCE OF CRYOGENIC AND SUB-ZERO COOLING IN THE AISI H13 STEEL PROPERTIES**

### **Abstract**

This is a study of the characteristics presented in tool steel AISI H13 heat treated using the conventional hardening and tempering followed or not by sub-zero and cryogenic cooling. Low temperature cooling were performed using several permanence time in the bath which are: 5 minutes, 1 hour, 6 hours and 24 hours. AISI H13 characteristics were compared, including microstructures, hardness's values, impact results and dimensional changes. Additional X-ray diffraction analysis were performed in order to check retained austenite amount. Two body abrasion wear performance was also evaluated for samples from different heat treat cycles. It was concluded that the treatment cryogenic 24 hours is the most effective. However, in order to keep component in a very low temperature during 24 hours, properties must be increased to compensate it. Low improvement in such characteristics is not advantageous under economic analysis. Therefore, it was recommended to use cryogenic cooling for 5 minutes which results good properties and short permanence time in the low temperature bath.

**Key words:** Heat Treatment; Steel H13; Cryogenic; Subzero.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

<sup>2</sup> *Mestranda em Ciência e Engenharia de Materiais – Universidade de São Paulo.*

<sup>3</sup> *Graduando em Engenharia Mecânica – Universidade de São Paulo.*

<sup>4</sup> *Pós Doutora Profª. Lauralice de C. F. Canale - Universidade de São Paulo.*

# 1 INTRODUÇÃO

Há alguns anos vêm sendo desenvolvidos diversos estudos da influência dos parâmetros do tratamento térmico para a obtenção de propriedades que permitam atingir os requisitos de trabalho e que gerem ferramentas de vida útil estendida. Nesse contexto, os tratamentos criogênicos têm merecido atenção de muitos pesquisadores da área. Tem sido demonstrado que o tratamento criogênico não só provoca a transformação da austenita residual, trazendo melhorias no dimensional da ferramenta, mas também pode promover a precipitação de carbonetos finos, com ganho em tenacidade e propriedades de desgaste.<sup>(1-5)</sup> Esses benefícios são dependentes dos valores de baixa temperatura usados e também do tempo de permanência nessas temperaturas. Entretanto não há na literatura uma concordância a respeito dos reais benefícios desse tratamento.

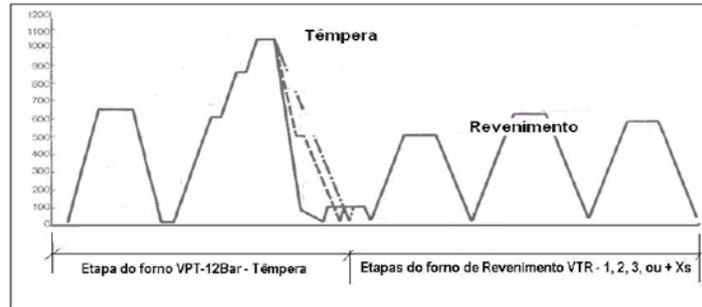
Assim, o que se objetiva nesse trabalho é o estudo da influência desses tratamentos a baixíssimas temperaturas, nas propriedades de impacto e dureza no aço AISI H13 da série trabalho a quente. Os aços serão submetidos a diferentes ciclos de tratamento térmico envolvendo banhos sub-zero e criogênico com diferentes tempos de permanência, comparando-se os resultados com aqueles obtidos nas amostras submetidas às técnicas convencionais de tratamento térmico de têmpera e revenido. Isso permitirá que se gere resultados próprios, analisando as vantagens e desvantagens da utilização desses processos na indústria, o que permitirá uma análise da viabilidade de sua aplicação.

O Aço AISI H13 de acordo com a NADCA,<sup>(6)</sup> possui composição química descrita na Tabela 1; o que lhe confere propriedades de: boa temperabilidade, grande resistência ao amolecimento pelo calor, boa resistência ao desgaste em temperaturas elevadas, excelente tenacidade, boa usinabilidade na categoria de aços ferramenta e excelente resistência à choques térmicos devidos à aquecimentos e resfriamentos contínuos, fazendo com que o surgimento de trincas térmicas seja reduzido.<sup>(7-9)</sup>

**Tabela 1.** Composição Química em porcentagem de peso do Aço AISI H13<sup>(6)</sup>

Composição em % peso	C	Mn	Si	Cr	V	Mo
Mínimo	0,37	0,20	0,80	5,00	0,80	1,20
Máximo	0,42	0,50	1,20	5,50	1,20	1,75

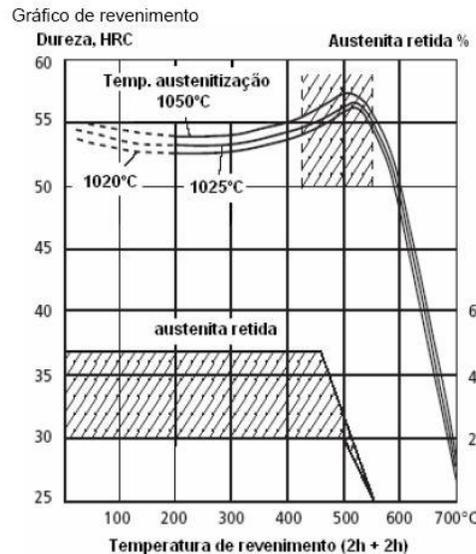
No tratamento térmico dos aços ferramenta, assim como nos tratamentos térmicos em geral é importante que se evite a decarbonetação e oxidação da superfície do componente. Assim, normalmente em aços ferramenta são usados fornos a vácuo para o tratamento térmico, que oferecem adicionalmente um resfriamento uniforme do componente.



**Figura 1.** Ciclo de tratamento térmico recomendado para um aço de trabalho a quente.<sup>(4)</sup>

Os parâmetros de tratamento térmico (temperatura de austenitização, taxas de aquecimento e resfriamento e diferenças entre superfície e núcleo no aquecimento e resfriamento) segue a norma NADCA.<sup>(6)</sup> A Figura 1 ilustra o ciclo de tratamento térmico recomendado para o aço H13. A têmpera é feita com temperatura de pré-aquecimento entre 600°C e 850°C e temperatura de austenitização entre 980°C e 1,030°C, com tempo de permanência na temperatura entre 30 min e 60 mim. Depois de transcorrido o tempo de encharque, entre 30 min e 45 min, dá-se o resfriamento, gerando como microestrutura martensita e carbonetos e austenita retida podendo ter alterações em sua quantidade, dimensões, e distribuição.

Durante o revenimento, a martensita fica saturada de carbono, que se precipita na forma de carbonetos, variando de acordo com a composição do aço. O tipo de carboneto formado é dependente da composição da liga e da temperatura de revenimento podendo, nos aços ferramenta, promover o endurecimento secundário, ou a manutenção da dureza com o aumento da temperatura de revenido, como mostrado na Figura 2.



**Figura 2.** Variação da dureza com a temperatura de revenido para um aço para trabalho a quente.<sup>(7)</sup>

O tamanho e a distribuição o de carbonetos precipitados fora da martensita são dependentes da nucleação, da história térmica do material e da temperatura de austenitização. Em aços com elevada quantidade de austenita utiliza-se tratamento

de resfriamento a baixas temperaturas<sup>(10-12)</sup> utilizando diversos gases liquefeitos para a obtenção da temperatura desejada. Esse tratamento realizado em aços altamente ligados, pode provocar dois fenômenos distintos, o que causará diferentes efeitos:

- temperatura de  $-80^{\circ}\text{C}$  a  $-110^{\circ}\text{C}$ : a transformação da austenita retida. Em muitos aços se não houve ainda a estabilização da austenita retida, poderá ocorrer em grande escala. Neste caso, os efeitos conseguidos são: aumento da dureza, redução em tenacidade, ligeira melhora do desempenho em desgaste e estabilidade dimensional; e
- na faixa do nitrogênio líquido: quando o componente permanece tempo suficiente nessa baixa temperatura, ocorre a precipitação de carbonetos finos (dependendo dos elementos de liga do aço) que se somam aos carbonetos presentes antes do tratamento criogênico. O resultado disso é que há uma melhora na resistência ao desgaste, ganho em tenacidade, com ligeiro aumento (ou não) da dureza.<sup>(11)</sup>

O que acontece na martensita é que, se dado tempo suficiente em baixa temperatura, ocorre uma instabilidade da martensita, e átomos de C podem migrar formando sítios. Ocorre um “condicionamento” da martensita. No subsequente aquecimento para atingir a temperatura ambiente, esses sítios atuam como núcleos para a formação de finas partículas de carbonetos precipitados.

Entretanto, segundo alguns autores, esse efeito de endurecimento secundário não ocorrerá se for feito um revenido, anterior ao processo criogênico, em faixas de temperatura que promovam o endurecimento secundário durante o revenido. A literatura também é controversa na questão do tempo de permanência (a baixíssimas temperaturas), necessário para que o fenômeno do “envelhecimento” aconteça. Há trabalhos defendendo que 2 horas são suficientes e outros que preconizam que tempos tão longos quanto 72 horas seriam necessários para a ocorrência do fenômeno.<sup>(5)</sup> Os tratamentos sub-zero e criogênico, no aspecto microestrutural, eles diferem-se basicamente pelo fato de que, além da intensificação da transformação de austenita retida em martensita (acontece em ambos), o tratamento criogênico promove a precipitação de carbonetos.<sup>(12)</sup>

Embora tenham sido apresentados alguns resultados, há algumas divergências na literatura com relação a alguns parâmetros dos tratamentos criogênicos, como a já comentada questão relacionada ao tempo de permanência. Outra discrepância diz respeito à influência da taxa de resfriamento, para atingir a temperatura criogênica, nas propriedades obtidas. Há trabalhos que verificam serem importantes as baixas taxas de resfriamento para que se obtenham melhores propriedades e outros, que simplesmente descartam isso, mergulhando a peça diretamente na temperatura criogênica a partir da temperatura ambiente.<sup>(4)</sup> Os resultados de dureza e tenacidade também podem contrastar, pois embora algumas trabalhos concluam relação direta entre esses parâmetros, há resultados mostrando que nem sempre existe essa relação.<sup>(13)</sup>

Em vista da não existência de resultados definitivos para diversos parâmetros de tratamento, como tempo e temperatura de exposição, e de resultados não sólidos e contrastantes em relação a ensaios de dureza e impacto, o presente trabalho trará uma importante contribuição. Os principais pontos controversos serão estudados, quais sejam: parâmetros temperatura e tempo de permanência.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Tratamento Térmico

Os parâmetros de tratamento térmico utilizados no forno à vácuo foram:

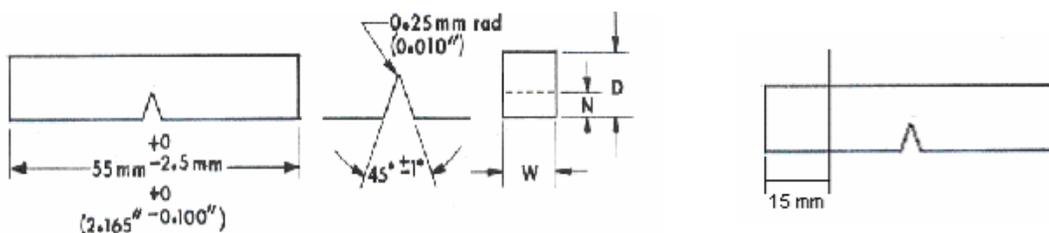
- austenitização: 1.040°C (20 min. por polegada de espessura);
- resfriamento: pressão de 5 bar;
- duplo revenimento
- revenimento 1: 540°C – 2 h;
- revenimento 2: 600°C – 2 h; feito após o banho a baixa temperatura (criogênico e sub-zero); e
- dureza final: 46 HRC - 48 HRC.

### 2.2 Tratamento Criogênico e Sub-zero

Após têmpera, com especificado acima, algumas amostras foram submetidas a banhos em temperatura de nitrogênio líquido (-196° C), por tempos de 5'; 1h; 6h e 24h. Outro conjunto de amostras foram submetidas ao banho sub-zero (nitrogênio líquido +acetona) em temperaturas de aproximadamente -90°C, pelos mesmos tempos, ou seja, 5 min; 1 h; 6 h e 24 h.

### 2.3 Dimensões dos Corpos de Prova Charpy e para Ensaios de Abrasão

Os corpos de prova Charpy seguiram a norma ABNT, e os corpos de prova para os ensaios de abrasão serão obtidos das amostras Charpy fraturadas.



**Figura 3.** Dimensões do corpo de prova Charpy, conforme norma ABNT e ilustração do corpo de prova para ensaio de abrasão.

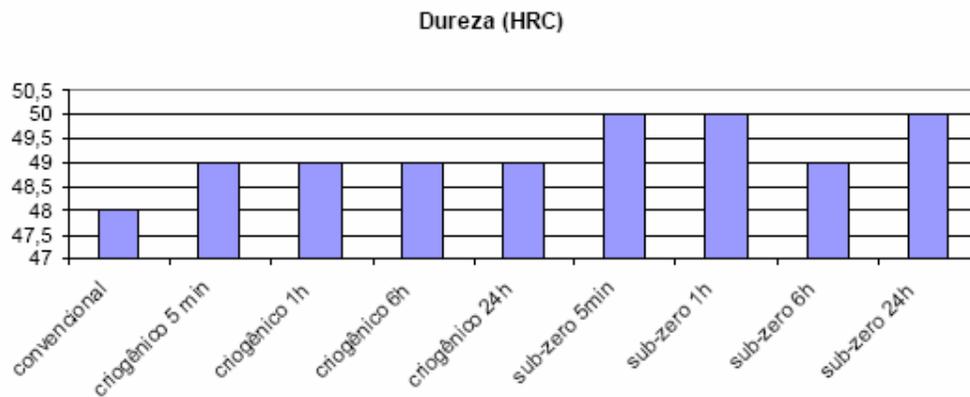
### 2.4 Descrição dos Ensaios

Ao todo 45 amostras serão ensaiadas com relação a:

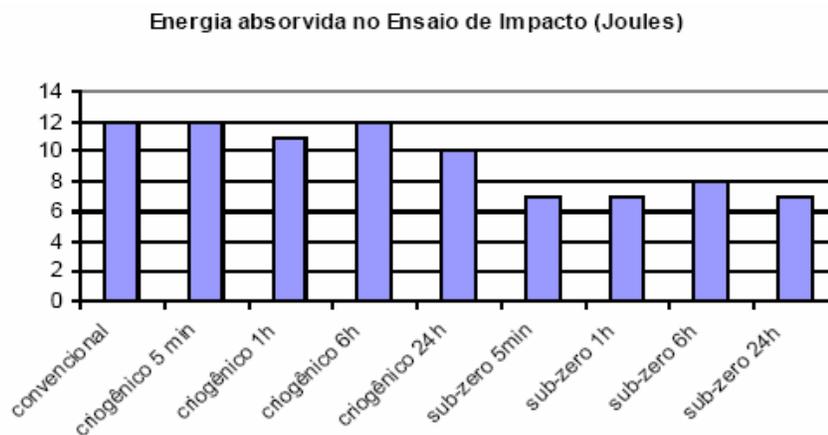
- variação dimensional (medidos nos corpos de prova Charpy antes do ensaio); realizada no Laboratório de Metrologia da EESC-USP;
- dureza / microdureza (Vickers 150 kgf); feitas em durômetro Leco RT-240;
- microscopia eletrônica; realizada no Instituto de Química de São Carlos, USP;
- impacto Charpy; em equipamento Heckert; e
- abrasão 2 corpos (método de avaliação gravimétrico); em equipamento pino sobre lixa.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

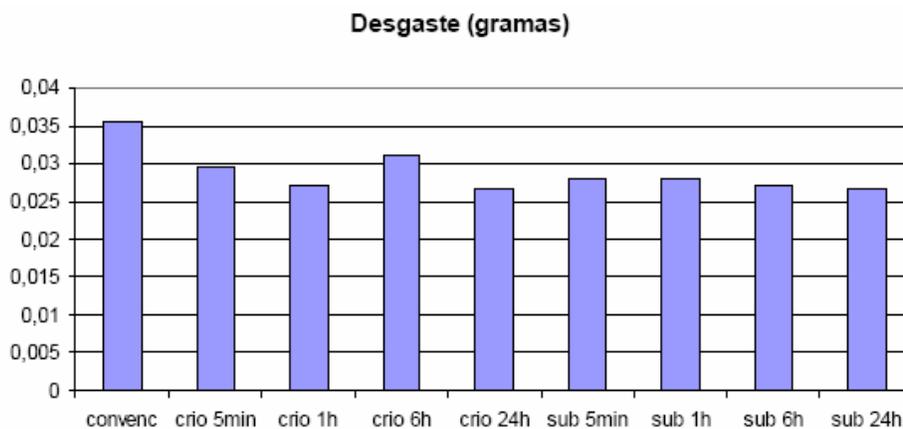
Seguem os gráficos com os resultados de dureza, impacto, desgaste abrasivo e variação dimensional, obtidos para as diferentes situações de tratamento térmico.



**Figura 4.** Gráfico ilustrativo dos ensaios de dureza.

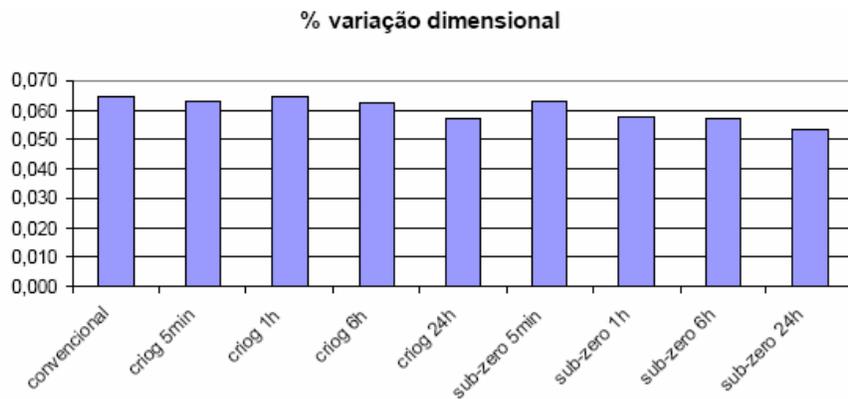


**Figura 5.** Gráfico ilustrativo dos ensaios de impacto Charpy.



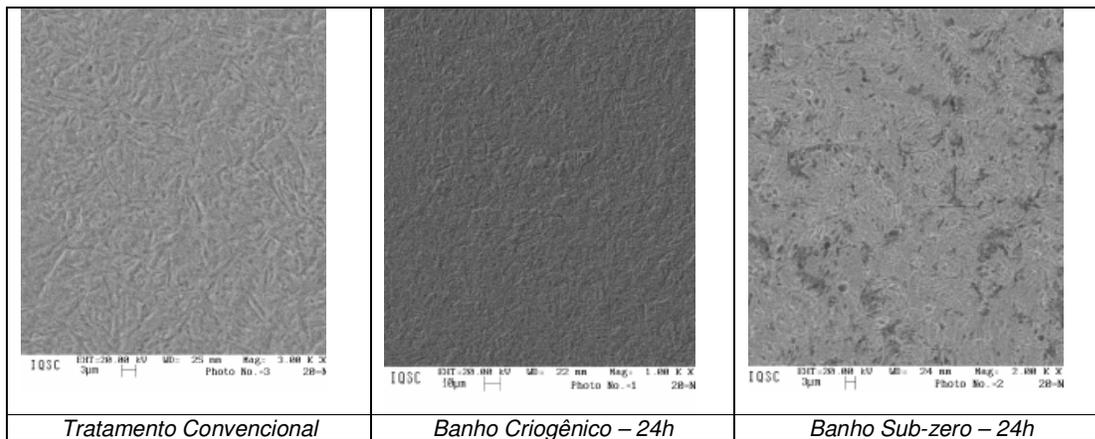
**Figura 6.** Gráfico ilustrativo dos ensaios de Desgaste.

### 3.1 Análise de Variação Dimensional



**Figura 7.** Gráfico ilustrativo da variação dimensional.

Abaixo são apresentadas as microestruturas obtidas por microscopia eletrônica (MEV)



**Figura 8.** Fotos tiradas da microscopia eletrônica, para o tratamento convencional, banho criogênico 24h e sub-zero 24h respectivamente.

A análise de raio-x não confirmou a presença de austenita retida em nenhuma amostra ensaiada.

A Tabela 2 reúne os resultados obtidos em dureza, tenacidade, desgaste e % de variação dimensional.

**Tabela 2.** Resultados do Aço AISI H13

	Dureza	Tenacidade	Desgaste	% variação
convencional	48 HRC	12J	0,0355g	0,065
criogênico 5 min	49 HRC	12J	0,0295g	0,063
criogênico 1h	49 HRC	11J	0,027g	0,065
criogênico 6h	49 HRC	12J	0,031g	0,062
criogênico 24h	49 HRC	10J	0,0265g	0,057
sub-zero 5min	50 HRC	7J	0,028g	0,063
sub-zero 1h	50 HRC	7J	0,028g	0,058
sub-zero 6h	49 HRC	8J	0,027g	0,057
sub-zero 24h	50 HRC	7J	0,0265g	0,053

As medições de dureza mostram acréscimo de aproximadamente 1 HRC para os tratamentos criogênicos e 2 HRC para tratamento sub-zero. As maiores variações parecem estar nas medições de energia de impacto, que no caso do tratamento criogênico se mantêm com valores mais altos, compatíveis aos convencionais. Como os efeitos da criogenia estão fortemente relacionados a austenita retida, condicionamento da martensita e precipitação de finíssimas partículas de carboneto, talvez os efeitos sejam mais fortemente sentidos em aços com maior teor de carbono, como por exemplo em aços para trabalho a frio. A análise micrográfica mostrou a presença de martensita revenida nas amostras analisadas. Há uma grande semelhança microestrutural entre os diferentes ciclos de tratamento térmico. Atestou-se uma ligeira melhora da estabilidade dimensional e, como dito anteriormente, não se sabe ao certo quais são os parâmetros adequados para se ter as significativas melhoras preconizada na literatura.<sup>(10)</sup> Os resultados de desgaste abrasivo mostram melhora com tratamentos a baixas temperaturas sem, no entanto, proporcionar os ganhos relatados na literatura. Há ainda que se verificar o custo benefício deste tratamento criogênico. Manutenção por tempos prolongados a baixas temperaturas podem ser inviável economicamente se o ganho em propriedades não for significativo.

Há algumas perguntas que ainda permanecem, e conclui-se que o estudo dos tratamentos térmicos a baixas temperaturas requer análise de várias variáveis. A temperatura de austenitização é importante, pois está relacionada à dissolução de carbono, disponibilidade para precipitação de carbonetos, e quantidade de austenita retida. No caso dos aços para trabalho a quente há ainda que se verificar, embora para o aço para trabalho a frio existam dados disponíveis. Outro ponto relevante é a questão do revenimento, pois, segundo alguns autores, o revenimento anterior aos tratamentos a baixas temperaturas provocando o endurecimento secundário diminui os efeitos de condicionamento da martensita e precipitação de finíssimos carbonetos durante o ciclo criogênico. Neste trabalho os revenimentos foram feitos na temperatura de endurecimento secundário, o que pode ter diminuído os efeitos esperados. Outra possível variável é o tempo de tratamento, pois algumas literaturas preconizam que somente tempos de tratamento muito longos, da ordem de 72 horas, propiciam a precipitação destes carbonetos.<sup>(5)</sup>

#### **4 CONCLUSÃO**

Conclui-se que no caso do aço para trabalho a quente (AISI H-13), o tratamento criogênico de 24 horas é o mais efetivo, pois se destaca em todos os quesitos. Porém seu tempo de manutenção é muito elevado, e de acordo com empresas do ramo de tratamentos térmicos, tempos próximos de 24 horas são praticamente inviáveis, a não ser que os resultados sejam muito superiores aos outros tratamentos, e esse não é o caso observado neste trabalho. Com isso, pode-se destacar também três outros tratamentos, os criogênicos 5 minutos, 1 hora e 6 horas, os quais apresentaram resultados positivos e muito semelhantes. Portanto, devido ao tempo de manutenção do tratamento, o tratamento criogênico 5 minutos é considerado o mais viável. Verifica-se também que há necessidade de maiores investigações acerca dos tratamentos criogênicos relacionado aos parâmetros e custos do processo, para que se possa atestar com segurança os reais benefícios dessa técnica.

## **Agradecimentos**

- CAPES/Fapesp
- Isoflama Indústria e Comércio de Equipamentos Ltda.
- Aços Bohler Uddeholm do Brasil Ltda
- Prof.Dr. Jan Vataavuk – Universidade Mackenzie.

## **REFERÊNCIAS**

- 1 A. Molinari, M. Pellizari, S. Gialanella, G. Straffelini, K.H Stiasny. Effect of Deep Cryogenic Treatment on the Mechanical Properties of Tool Steels. Journal of Materials Processing Technology 118 (2001) 350-355. Brunico, Italy.
- 2 D. Mohan Lal, S. Renganarayanan, A. Kalanidhi. Cryogenic Treatment to Augment Wear Resistance of Tool and Die Steels. Cryogenics 41 (2001) 149-155, India.
- 3 Reitz, Wayne e Pendray, John. Cryoprocessing of materials : A review of current status. Materials and manufacturing processes, 16(6), 829-840 (2001). Dakota, U.S.A.
- 4 Wurzbach, Richard N. Improving component wear performance through cryogenic treatment, Pennsylvania, U.S.A.
- 5 Zurek, Zbigniew. Cryogenic Quenching of Steel Revisited, Pennsylvania, U.S.A.
- 6 NADCA Recommended Procedures, H-13 Tool Steal, EUA, 1997.
- 7 UDDEHOLM, Catálogos de Aços para Trabalho a Quente. 2005
- 8 GERDAU AÇOS FINOS PIRATINI, Catálogos de Aços para Trabalho a Quente. 2003
- 9 STEEL: A HANDBOOK FOR MATERIALS RESEARCH AND ENGINEERING, Verein Deutscher Eisenhüttenteute, vol.2: Applications, pp.335-337, 1993.
- 10 EPRI Center of Materials Fabrication. Cryogenic Processing of Metals. 125 Dublin road, Columbus, OH State 43215.
- 11 D. Yun, L. Xiaoping, X. Hongshen. Deep Cryogenic Treatment of High-speed Steel and its Mechanism. Heat Treatment of Metals 1998.3 p.55-59
- 12 D. N. Collins. Deep Cryogenic Treatment of Tool Steels: a Review. Heat Treatment of Metals 1996.2 p.40-42.
- 13 D. N. Collins, J. Dormer. Deep Cryogenic Treatment of a D2 Cold-work Tool Steel. Heat Treatment of Metals 1997.3 p.71-74