

**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**  
**ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS**  
**Departamento de Engenharia de Materiais e Manufatura**

**BRUNO BLUNDI CORONA**

**Caracterização e análises físico-químicas de óleos de têmpera  
derivados de petróleo**

**São Carlos**  
**2020**



**BRUNO BLUNDI CORONA**

**Caracterização e análises físico-químicas de óleos derivados de petróleo empregados no tratamento térmico de têmpera**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo como requisito para a obtenção do Título de Engenheiro.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Rosa Lucia Simencio Otero.

Coorientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Lauralice de Campos Franceschini Canale.

**São Carlos  
2020**

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Dr. Sérgio Rodrigues Fontes da EESC/USP com os dados inseridos pelo(a) autor(a).

C822c Corona, Bruno Blundi  
Caracterização e análises físico-químicas de óleos derivados de petróleo empregados no tratamento térmico de têmpera / Bruno Blundi Corona; orientadora Rosa Lucia Simencio Otero; coorientadora Lauralice de Campos Canale. São Carlos, 2020.

Monografia (Graduação em Engenharia de Materiais e Manufatura) -- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2020.

1. Meio de resfriamento. 2. Têmpera. 3. Tratamento térmico. 4. Óleo mineral. 5. Curva de resfriamento. 6. Viscosidade. 7. Poder de resfriamento. 8. Martêmpera.  
I. Título.

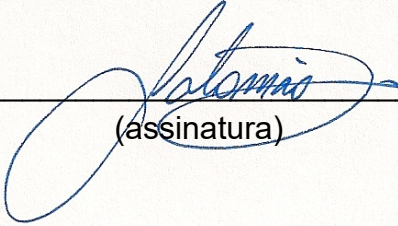
Eduardo Graziosi Silva - CRB - 8/8907

## FOLHA DE APROVAÇÃO

<b>Candidato:</b> Bruno Blundi Corona
<b>Título do TCC:</b> Caracterização e análises físico-químicas de óleos de têmpera derivados de petróleo
<b>Data de defesa:</b> 26/11/2020

<b>Comissão Julgadora</b>	<b>Resultado</b>
Professor Doutor Rosa Lucia Simencio Otero (orientador)	APROVADO
Instituição: IQSC -	
Professor Titular Lauralice de Campos Franceschini Canale	APROVADO
Instituição: EESC - SMM	
Professor Doutor Rosamel Melita Muñoz Riofano	APROVADO
Instituição: Faculdade de Tecnologia Dr. Thomas Novelino - Fatec Franca - Faculdade de Tecnologia Dr. Thomas Novelino - Fatec Franca	

Presidente da Banca: **Professor Associado Rafael Salomão**



(assinatura)

## RESUMO

A têmpera é um tratamento térmico que tem por objetivo endurecer o metal tratado por resfriamento brusco. É um dos tratamentos térmicos mais antigos conhecidos pelo homem e até hoje, um dos mais utilizados. Na indústria, os meios de resfriamento mais utilizados para realizar a têmpera são os óleos minerais, que apesar da busca por alternativas mais sustentáveis, como os óleos vegetais, ainda apresentam um longo caminho até sua substituição, devido às suas propriedades físico-químicas peculiares. Para comparação do desempenho de novos meios de resfriamento desenvolvidos e seleção desses meios empregados para diferentes tratamentos térmicos, é imprescindível considerar várias características desses fluidos. Neste trabalho algumas propriedades foram estudadas de fluidos derivados do petróleo, disponíveis no mercado nacional e utilizados na indústria. A motivação do trabalho se deu, principalmente, pela escassez destes dados na literatura, o que dificulta o estudo comparativo de biofluidos com os derivados de petróleo com aplicação nos tratamentos térmicos de têmpera e martêmpera, de acordo com suas especificidades. Foram obtidas medidas de viscosidade cinemática a temperatura de 40, 60, 80, 100 e 120°C devido à correlação dessa propriedade com a transferência de calor. Os índices de viscosidade (VI) também foram calculados. Para entender a temperatura de trabalho limite destes fluidos de resfriamento, o ponto de fulgor foi avaliado por sua importância na determinação de parâmetros de segurança, devido ao risco de incêndio. Além disso, foram obtidas curvas de resfriamento, das quais foram determinadas as características de resfriamento que são extremamente importantes no processo de têmpera de metais. A partir destas curvas, os fluidos estudados foram classificados de acordo com o poder de resfriamento pelo método de Segerberg (HP), Segerberg corrigido (HP<sub>c</sub>) e valor V de Tamura de maneira a facilitar a comparação e seleção desses óleos. As maiores viscosidades e menores VI foram obtidos dos óleos de martêmpera, enquanto o maior VI observado foi o do óleo vegetal, que também apresentou o maior ponto de fulgor. As curvas de resfriamento do Houghto-Quench 100, Artemp 25 e do Martemp 600E apresentaram estágios de camada de vapor mais longos e taxas máximas de resfriamento mais baixas, se comparados com os outros óleos minerais, que apresentaram curvas de resfriamento semelhantes entre si. As classificações dos óleos de acordo com seu poder de resfriamento apresentaram mais diferenças entre si no meio das classificações, onde se encontram óleos com características intermediárias. De acordo com os três métodos de cálculo, os óleos Houghto-Quench KM e o Artemp 16 foram os que apresentam maior poder de resfriamento. Tanto por HP quanto pelo HP<sub>c</sub>, os óleos que foram considerados óleos lentos por seus baixos poder de resfriamento foram o Houghto-Quench 100, o Artemp 25 e o Bio Quench 700. Pelo valor V de Tamura, o Bio Quench 700 foi considerado um óleo rápido, devido a sua fase de nucleação de bolhas mais extensa, enquanto os outros óleos das extremidades da classificação mantiveram suas posições.

**Palavras chave:** meio de resfriamento; óleo mineral; tratamento térmico; têmpera; martêmpera; poder de têmpera; curva de resfriamento.

## ABSTRACT

Quenching is a heat treatment which aims hardening metal through abrupt cooling. It is one of the oldest known heat treatments by the mankind and nowadays one of the most common ones. In industry, the most used quenching medium are the mineral oils, which despite the search for sustainable alternatives, like vegetable oils, still have a long way until its complete replacement, because of their peculiar physicochemical properties. To compare the new cooling medium developed and select the medium used for each treatment, it is crucial to use many of these fluid's characteristics. In this work, some of the properties of petroleum fluids, available in the Brazilian market and used in the industry, were studied. It was mainly motivated by the scarcity of this data in the literature, which hinders the comparative study between bio and mineral fluids applied in quenching and martempering, according to their specifics. The kinematic viscosities at 40, 60, 80, 100 and 120°C were obtained in virtue of its correlation with the heat transfer. The viscosity indexes (VI) of the oils were also calculated. To evaluate the maximum safe work temperature of each oil, the flash point was measured for its importance to determine safety parameters because of fire risk. Besides that, the cooling curves of the oils were elaborated, from which the cooling characteristics, extremely important for metal quenching, were determined. From these data, the oils were ranked based on their cooling powers, calculated by the Segerberg equation (HP), corrected Segerberg ( $HP_c$ ) and the V value of Tamura. These classifications were prepared to make the oil selection and comparison easier. The highest viscosities and lowest VI were obtained from the martempering oils, while the highest VI was the vegetable oils, which also showed the highest flash point. The cooling curves of the Houghto-Quench 100, Artemp 25 and Martemp 600E have shown longer vapor blanket stages and lower cooling rates, if compared to the other mineral oils, which have similar cooling curves. The cooling power rankings showed more differences between themselves in their middle parts, where the oils with intermediary characteristics are. According to the three methods, the oils Houghto-Quench KM and Artemp 25 show the highest cooling powers. Both for HP and  $HP_c$ , the Houghto-Quench 100, Artemp 25 and Bio Quench 700 were considered the slowest oils. For the V value, the Bio Quench was considered a fast oil, because of its long nucleate boiling phase, while the other oils at the extremities of the ranking kept their positions.

**Keywords:** mineral oil; quench; heat treatment; marquenched; cooling curve; hardening power.

## Lista de Ilustrações

### FIGURAS

<b>Figura 1</b> - Comparativo entre as curvas de resfriamento de um óleo convencional, um óleo rápido e a água.....	13
<b>Figura 2</b> - Determinação do índice de de viscosidade (VI) .....	15
<b>Figura 3</b> - Comparativo entre situações de alta e baixa molhabilidade e os ângulos relacionados.....	16
<b>Figura 4</b> – Mecanismos de resfriamento durante o tratamento térmico de têmpera.	18
<b>Figura 5</b> - Curva de resfriamento e seus respectivos parâmetros .....	19
<b>Figura 6</b> - Diagrama CCT para o aço SAE 1045 .....	20
<b>Figura 7</b> – Avanço da frente de molhamento na têmpera em imersão; a) Ilustração do avanço da frente de molhamento de baixo para cima, relacionando com os respectivos coeficientes de transferência de calor; b) Avanço da frente de molhamento em uma peça real.....	22
<b>Figura 8</b> - Efeitos da agitação nas taxas de resfriamento de um óleo de têmpera ...	25
<b>Figura 9</b> - Efeitos da degradação do óleo nas taxas de resfriamento.....	26
<b>Figura 10</b> - Influência da contaminação por água em um óleo de têmpera convencional .....	28
<b>Figura 11</b> - Diagrama TTT com as curvas de resfriamento do tratamento de a) têmpera convencional; b) martêmpera .....	29
<b>Figura 12</b> - Geometria da sonda de Inconel 600 <sup>®</sup> utilizada nos ensaios .....	31
<b>Figura 13</b> - Comportamento da viscosidade cinemática de todos os óleos testados em função da temperatura .....	34
<b>Figura 14</b> - Comportamento da viscosidade cinemática dos seis óleos de menor viscosidade testados em função da temperatura .....	34
<b>Figura 15</b> - Comparativo entre os índices de viscosidade calculados .....	36
<b>Figura 16</b> - Médias e desvios padrão dos pontos de fulgor .....	37
<b>Figura 17</b> - Curvas de resfriamento dos óleos testados; a) Artemp 15; b) Artemp 16; c) Artemp 25; d) Energis Quench 15; e) Houghto-Quench 100; f) Houghto-Quench G25; g) Houghto-Quench KB; h) Houghto-Quench KM; i) Martemp 600E; j) Martemp 712; k) Bio Quench 700.....	38
<b>Figura 18</b> - Classificação dos óleos de acordo com; a) HP e b) HP <sub>c</sub> .....	41
<b>Figura 19</b> - Classificação dos óleos de acordo com o valor V de Tamura.....	43

## TABELAS

<b>Tabela 1</b> - Parâmetros importantes nas curvas de resfriamento.....	18
<b>Tabela 2</b> - Lista de óleos da Packblend® utilizados nos experimentos .....	29
<b>Tabela 3</b> - Lista de óleos da Houghton utilizados nos experimentos .....	30
<b>Tabela 4</b> - Viscosidades dos óleos estudados a 40, 60, 80, 100 e 120°C .....	33
<b>Tabela 5</b> - Viscosidades a 40 e 100°C dos óleos testados e seus respectivos índices de viscosidade.....	35
<b>Tabela 6</b> - Resumo dos dados obtidos a partir dos experimentos .....	45

## Sumário

1	INTRODUÇÃO.....	10
2	OBJETIVO.....	11
3	JUSTIFICATIVA.....	11
4	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	12
4.1	Têmpera de Aços .....	12
4.2	Óleos de Têmpera.....	12
4.2.1	Viscosidade .....	14
4.2.1.1	Índice de Viscosidade (VI).....	14
4.2.2	Molhabilidade .....	16
4.2.3	Ponto de Fulgor .....	16
4.2.4	Curvas de Resfriamento .....	17
4.2.4.1	Estágio A .....	20
4.2.4.2	Estágio B .....	21
4.2.4.3	Estágio C.....	21
4.2.4.4	Frente de Molhamento.....	21
4.2.5	Testes do Poder de Resfriamento .....	22
4.2.5.1	Poder de Têmpera (HP) .....	22
4.2.5.2	Valor V de Tamura.....	23
4.3	Parâmetros que Influenciam o Resfriamento.....	24
4.3.1	Agitação.....	24
4.3.2	Temperatura do Banho.....	25
4.3.3	Degradação .....	26
4.3.4	Contaminação .....	27
4.4	Martêmpera .....	28
5	MATERIAIS E MÉTODOS.....	29

5.1	Óleos Testados.....	29
5.2	Viscosidades .....	30
5.2.1	Cálculo dos Índices de Viscosidade (VI).....	30
5.3	Pontos de Fulgor .....	30
5.4	Elaboração das Curvas de Resfriamento .....	31
5.4.1	Cálculos do Poder de Resfriamento .....	32
5.4.1.1	Cálculo do Poder De Têmpera (HP).....	32
5.4.1.2	Cálculo do Valor V de Tamura.....	32
6	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	33
6.1	Comparação das Viscosidades .....	33
6.1.1	Análise dos Índices de Viscosidade (VI).....	34
6.2	Pontos de Fulgor .....	36
6.3	Comparação das Curvas de Resfriamento.....	37
6.3.1	Classificação Segundo o Poder de Resfriamento .....	40
6.3.1.1	Classificação dos Óleos Segundo o Poder de Têmpera (HP).....	40
6.3.1.2	Classificação dos Óleos Segundo o Valor V de Tamura .....	42
6.4	Discussões Finais.....	43
7	CONCLUSÃO .....	46
	BIBLIOGRAFIA .....	47

## 1 INTRODUÇÃO

A têmpera está entre os tratamentos térmicos mais aplicados aos metais. A finalidade desse processo é a obtenção de estrutura martensítica através do aquecimento e posterior resfriamento rápido, conferindo aos materiais maior dureza, rigidez, resistência mecânica e resistência à abrasão (Ruggieri, 1998)

Para a obtenção de um resfriamento rápido, é necessário colocar em contato, normalmente por imersão, a peça a ser tratada com um fluido de menor temperatura a fim de que ele retire calor da peça. A esse fluido é dado o nome meio de resfriamento. Qualquer fluido pode ser usado como meio de resfriamento, desde que seja possível a imersão da peça ou aspensão do fluido em tempo hábil para o tratamento. Os meios de resfriamento para têmpera mais comuns são a água, soluções de água com polímeros, salmoura e óleos. Além dessas opções, existem pesquisas que usam gases ou sólidos particulados como meio de resfriamento, mas essas opções ainda não são viáveis economicamente do ponto de vista industrial.

Hoje, mais de 70% dos tratamentos de têmpera utilizam óleos como meio de resfriamento devido a suas boas propriedades de retirada de calor, fácil aditivação e custo acessível. Os óleos degradam ao passar por muitos ciclos térmicos de têmpera, necessitando ser descartados após certo tempo. Com o desenvolvimento da indústria do petróleo no final do século XIX, os óleos vegetais foram substituídos pelos minerais, que apresentam propriedades físico-químicas superiores, em especial a maior estabilidade frente aos ciclos térmicos da têmpera (Simencio-Otero, 2012). No contexto de crescente preocupação com sustentabilidade que se vivencia, os óleos vegetais para têmpera têm voltado a ser estudados e utilizados devido a sua maior biodegradabilidade.

Apesar dos objetivos de se reduzir o uso de óleos minerais, eles ainda representam a maioria dos meios de resfriamento usados em têmpera no mundo (Wu et al, 2017) e sua substituição é um processo muito lento. Por representar uma classe de material “a ser vencida”, a publicação de artigos acadêmicos sobre óleos minerais de têmpera caiu acentuadamente, gerando uma carência de dados atualizados sobre os óleos usados na indústria.

Diversas características influenciam no desempenho dos meios de resfriamento, como a condutividade térmica, calor específico, densidade, viscosidade,

temperatura de ebulição, ponto de fulgor, entre outras. Simplesmente comparar cada uma dessas características não é suficiente para classificar os meios de resfriamento quanto à sua performance. Assim, foi desenvolvido o método de se analisar a curva de resfriamento em condições padronizadas pela ASTM D6200 (2012) para ajudar a entender as características dos óleos.

## **2 OBJETIVO**

Este projeto de pesquisa tem por objetivo suprir a necessidade de um compilado de dados atualizados sobre os óleos minerais para têmpera utilizados na indústria brasileira. E trazer uma classificação dos óleos testados, de maneira a facilitar sua seleção e utilização.

## **3 JUSTIFICATIVA**

A crescente demanda mundial por produtos de origem renovável e biodegradáveis gerou um aumento substancial nos estudos acadêmicos envolvendo alternativas aos óleos minerais como meios de resfriamento. Como as soluções de polímeros em água ainda são uma alternativa cara, as expectativas se voltaram para os óleos vegetais e maneiras de aumentar sua estabilidade frente à degradação.

Apesar dos estudos anteriores realizados com óleos minerais, não se tem registro de um projeto que avalie, de maneira sinérgica, além da curva de resfriamento, viscosidade, densidade e ponto de fulgor tradicionalmente analisados, propriedades pouco catalogadas e comparadas, como calor específico, condutividade térmica, poder de endurecimento e coeficiente de transferência de calor. Este projeto, além de fornecer uma base de dados sólida sobre o tema, propicia a correlação de peculiaridades nas curvas de resfriamento com propriedades não antes analisadas, resultando em um entendimento maior sobre como cada item influencia no comportamento dos fluidos de resfriamento.

As características dos óleos minerais utilizados na indústria hoje são importantes não só para determinar o estado da arte do principal tipo de meio de resfriamento utilizado em todo o mundo, mas também para estabelecer uma nova base de comparação para os avanços feitos em outros tipos de meio de resfriamento (em especial os óleos vegetais).

## **4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **4.1 Têmpera de Aços**

A têmpera de aços consiste no aquecimento acima da temperatura de austenitização, que ocorre entre 750°C e 1100°C seguido de um resfriamento brusco com o objetivo de se refinar a microestrutura e formar martensita. Essas mudanças microestruturais conferem aos aços maior dureza, resistência a tensão, rigidez e resistência a abrasão.

Inevitavelmente, a expansão resultante da transformação martensítica, chamada de deformação de Bain (Dos Santos, 2008), e as diferenças de temperatura entre o interior e a superfície das peças temperadas resultam na formação de tensões residuais e distorções indesejadas. Caso as tensões sejam muito grandes, podem se propagar trincas, que em casos extremos chegam a romper o objeto temperado ainda durante o tratamento.

Assim, segundo Buchmayr e Kirkaldy (1990), os objetivos de se controlar o tratamento térmico devem ser classificados de acordo com:

- Redução das tensões residuais
- Redução da distorção
- Prevenção da propagação de trincas
- Atingimento de suficiente endurecimento
- Controle microestrutural
- Atingimento de uma distribuição de durezas específica

Normalmente, a têmpera é seguida de revenido, tratamento térmico em que o metal é aquecido abaixo das temperaturas de transformação de fase para aliviar as tensões internas e reduzir a fragilidade da martensita.

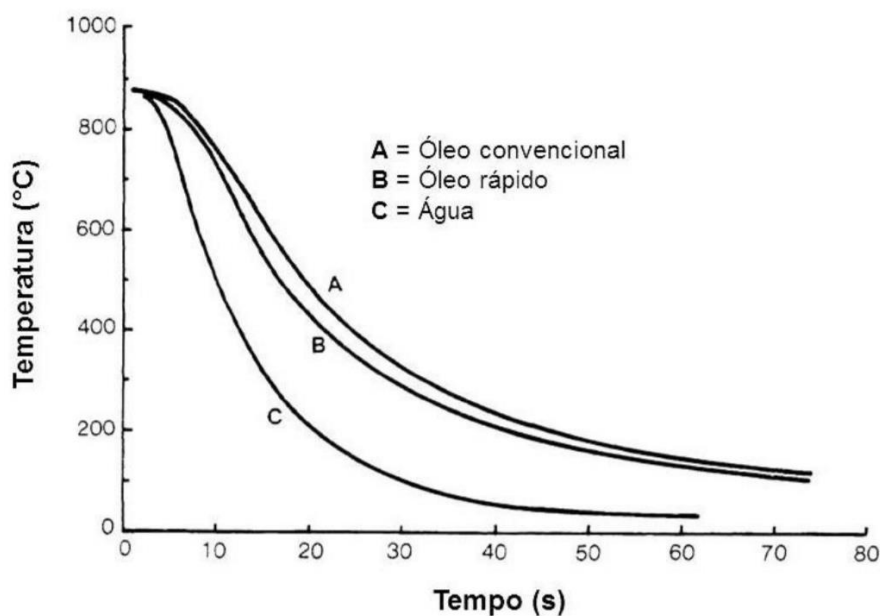
### **4.2 Óleos de Têmpera**

Os óleos são meios de resfriamento menos severos, se comparados com a água, tanto por conta de sua condutividade térmica menor quanto por sua maior viscosidade e maior duração do estágio de camada de vapor durante o resfriamento. Quanto menor a severidade do meio de resfriamento, menores as tensões internas geradas e a chance de ocorrerem distorções e trincas durante o tratamento de têmpera.

Por isso, principalmente para aços de maior temperabilidade, os óleos são os meios de resfriamento ideais.

Otero (2014) estabelece que os óleos de têmpera são classificados com base em sua capacidade de extração de calor, ou severidade de têmpera, e temperatura de aplicação, como óleos convencionais, acelerados (ou rápidos) e óleos de martêmpera (ou óleos quentes). A Figura 1 ilustra as curvas de um óleo de resfriamento convencional, um óleo rápido e da água, onde se observa a maior severidade do óleo rápido, se comparado com o convencional.

**Figura 1** - Comparativo entre as curvas de resfriamento de um óleo convencional, um óleo rápido e a água



Fonte: Adaptado de Totten, Bates e Clinton, 1993

Os óleos de têmpera possuem aditivos para reduzir sua degradação térmica e oxidativa e para alterar suas características de transferência de calor. Os óleos convencionais geralmente apresentam viscosidade, a 40°C, entre 20 e 40 cSt, enquanto para os acelerados a viscosidade normalmente varia entre 7,5 e 15 cSt na mesma temperatura. Os óleos de martêmpera, por serem utilizados em temperaturas elevadas, entre 95°C e 230°C, possuem mais aditivos para evitar sua degradação térmica e maior viscosidade devido à maior quantidade de estruturas parafínicas. Como medida de segurança, recomenda-se utilizar os óleos de têmpera em temperaturas máximas de 40°C abaixo do seu ponto de fulgor (Totten, Bates e Clinton, 1993).

## 4.2.1 Viscosidade

"A viscosidade é definida como a resistência de um fluido ao cisalhamento e, esta resistência ocorre principalmente, devido à interação entre as moléculas do fluido." Otero (2014)

A viscosidade é a propriedade física que mais influencia no papel de extração de calor dos meios de resfriamento líquidos, estando exponencialmente relacionada com a transferência de calor no caso do tratamento térmico de têmpera. Para a maioria dos fluidos, o aumento de temperatura ocasiona redução na viscosidade. Quando a peça é inserida quente no meio de resfriamento, o líquido na interface com o metal aquece e sua viscosidade diminui. Isso causa um aumento na transferência de calor interfacial, que é responsável pelas transformações na microestrutura, o foco do tratamento térmico (Otero, 2014). Para os fluidos de resfriamento, normalmente se utiliza a viscosidade cinemática, medida em cSt e seguindo as regras da norma ASTM D445-12 (ASTM, 2012b). Totten, Bates e Clinton (1993) sugerem que, como regra geral, a viscosidade do óleo deve ser de 5 a 15 cSt na temperatura de trabalho.

### 4.2.1.1 Índice de Viscosidade (VI)

O índice de viscosidade é uma medida arbitrária muito utilizada para se avaliar a variação da viscosidade dos fluidos em função temperatura. Seu cálculo é realizado de acordo com a Equação 1:

$$VI = \frac{L - U}{L - H} \times 100 \quad (1)$$

onde:

VI = índice de viscosidade;

L = viscosidade a 40°C de um óleo com VI igual a zero, tendo a mesma viscosidade a 100°C do óleo em estudo;

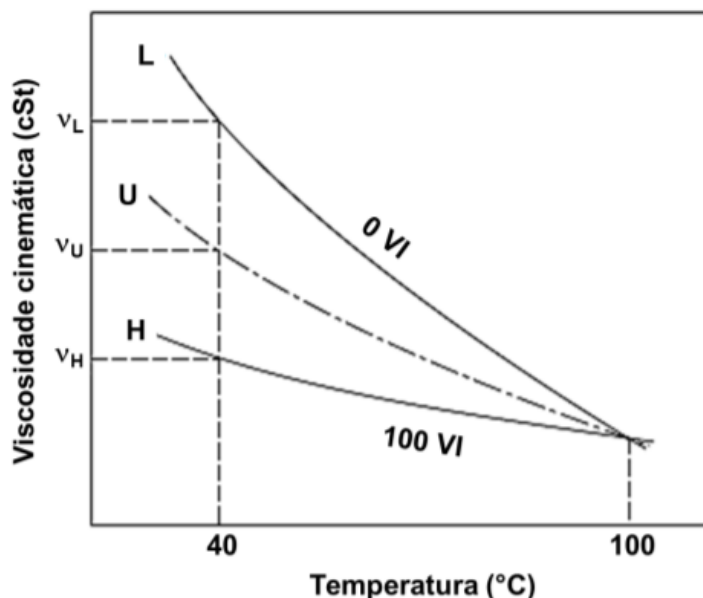
H = viscosidade a 40°C de um óleo com VI igual a 100, tendo a mesma viscosidade a 100°C do óleo em análise;

U = viscosidade a 40°C do óleo em estudo.

O sistema original do VI foi constituído através da seleção arbitrária de dois grupos de óleos minerais, um com baixa variação de viscosidade em relação à

temperatura, intitulado série H e um intitulado série L, que por sua vez tem alta variação de viscosidade em função da temperatura. À série H foi atribuído o VI de 100 e à série L o VI de 0 (Manning; Hoover, 2003), como ilustrado na Figura 2:

**Figura 2** - Determinação do índice de de viscosidade (VI)



Fonte: Otero, 2014

A ASTM D2270-10 (ASTM, 2010a) descreve as equações para o cálculo do índice de viscosidade e as tabelas dos valores de L e H. Para óleos com VI entre 0 e 100, é utilizada a Equação 1, enquanto para óleos com o VI acima de 100 a equação é corrigida para refletir a relação real viscosidade-temperatura, como indicado na Equação 3.

$$N = \frac{\log H - \log U}{\log Y} \quad (2)$$

$$VI = \frac{(\text{antilog}_{10} N) - 1}{0,0715} \times 100 \quad (3)$$

onde:

Y = viscosidade cinemática do óleo em estudo a 100°C [cSt]

### 4.2.2 Molhabilidade

A molhabilidade é uma maneira de se medir a afinidade de fluido por uma superfície. Segundo Otero (2014), a medida é realizada com base em como uma gota se espalha na superfície, medindo o ângulo formado entre o líquido e o sólido ( $\theta$ ) e seu cosseno ( $\cos \theta$ ), como na Figura 3. Em geral, os óleos tendem a apresentar maior molhabilidade nos metais, se comparados com a água.

**Figura 3** - Comparativo entre situações de alta e baixa molhabilidade e os ângulos relacionados



Fonte: Otero, 2014

A molhabilidade está relacionada com a polaridade da superfície e do fluido (afinidade ou não entre ambos) e a viscosidade do fluido. Assim, quanto maior a viscosidade do meio de resfriamento, menor a molhabilidade. Uma maior molhabilidade resulta em uma extração de calor mais eficiente (maior taxa de resfriamento) por conta do maior contato entre a peça e o meio de resfriamento (Otero, 2014).

### 4.2.3 Ponto de Fulgor

Ruggieri (1998) define ponto de fulgor como a menor temperatura na qual os vapores do óleo se inflamam. Ou seja, se um tratamento é realizado em temperaturas próximas do ponto de fulgor, o risco de fogo é alto. Ainda segundo o autor, um alto ponto de fulgor, além de maior segurança, normalmente indica que o fluido contém menos frações voláteis, que prolongam o estágio de camada de vapor e, conseqüentemente, reduzem as taxas de resfriamento.

Quando a têmpera é realizada em meios inflamáveis, existe a chance do fluido entrar em combustão por conta da alta temperatura em que o metal se encontra, causando risco à saúde e vida das pessoas envolvidas com o processo e danos

materiais irreparáveis. Por conta do aquecimento do fluido de resfriamento durante o tratamento térmico e para estabelecer uma margem de segurança, Totten, Bates e Clinton (1993) sugerem que os óleos sejam utilizados a temperaturas de banho de, no máximo 40°C abaixo do ponto de fulgor, como regra geral. Apesar dessa regra geral para a segurança, essas temperaturas ainda são muito próximas do ponto de fulgor e, normalmente, os óleos já iniciaram ou estão muito próximos de iniciar processos acelerados de degradação termo-oxidativa. A degradação termo-oxidativa é a principal responsável pela mudança nas propriedades dos banhos de têmpera, exigindo manutenções como filtragem, aditivção ou mesmo a troca de todo o óleo do banho, eventos que representam mais custos para o processo.

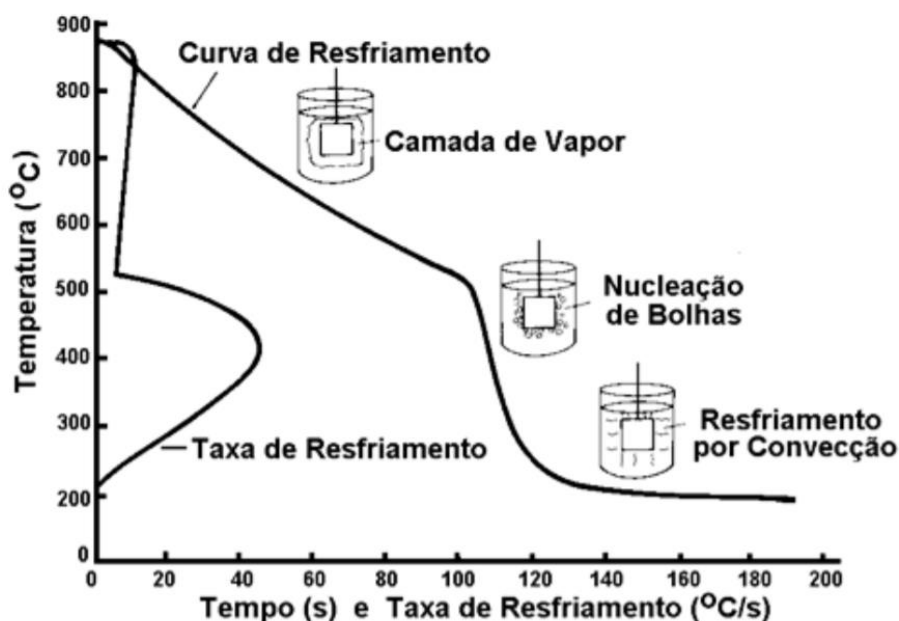
#### **4.2.4 Curvas de Resfriamento**

Obter a curva de resfriamento é uma das melhores maneiras de se entender o comportamento de um meio de resfriamento, visto que a curva é uma simulação de como a temperatura das peças a serem tratadas vai variar ao longo do tempo. Além disso, a inclinação da curva (primeira derivada) indica a taxa de resfriamento a que o material será submetido em cada momento do tratamento.

Segundo Otero (2014), a curva de resfriamento é obtida através do aquecimento de uma sonda padronizada, contendo um ou mais termopares, e sua posterior imersão no meio de resfriamento a ser testado. A norma ASTM D6200 (ASTM, 2012) estabelece as especificações do ensaio padronizado, imprescindíveis para uma boa comparação entre diferentes meios de resfriamento. Entretanto, é possível realizar os testes em condições específicas mais semelhantes ao tratamento realizado, caso o objetivo seja simular um tratamento que ocorre em condições diferentes das estabelecidas pela norma.

Para meios de resfriamento voláteis, a curva de resfriamento se divide em três estágios, com diferentes características de transferência de calor. Sendo eles: camada de vapor (estágio A), nucleação de bolhas (estágio B) e resfriamento por convecção (estágio C), como indicado na Figura 4.

**Figura 4** – Mecanismos de resfriamento durante o tratamento térmico de têmpera



Fonte: Adaptado de Totten, Bates e Clinton, 1993

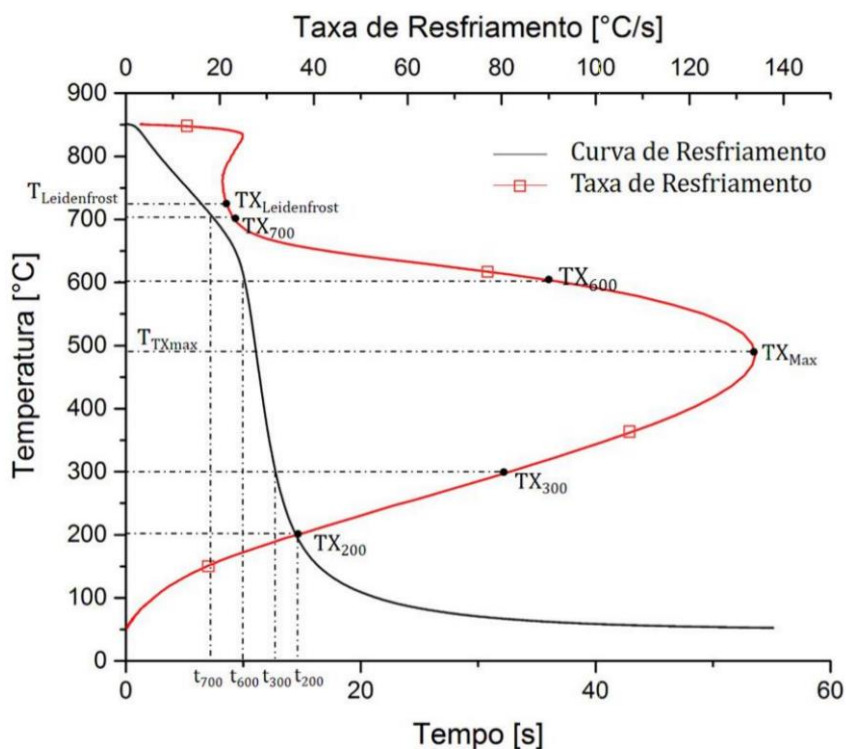
A partir da curva de resfriamento, pode-se retirar diversos parâmetros que quantificam as propriedades do fluido a ser estudado. Zordão (2019) propõe os parâmetros descritos na Tabela 1 e indicados na Figura 4, que se interpretados juntos fornecem bons indícios de como o fluido se comportará durante um tratamento térmico.

**Tabela 1** - Parâmetros importantes nas curvas de resfriamento

<b>Parâmetros</b>	<b>Avaliação</b>
Temperatura de Leidenfrost	Temperatura de transição entre os estágios A e B
Tempo e Taxa a 700°C e 600°C	Parâmetro de avaliação importante na comparação com diagramas CCT, para avaliar o campo perlítico
Temperatura e Taxa Máximas	Capacidade máxima de desempenho do fluido
Tempo e Taxa a 300°C e 200°C	Parâmetro de avaliação importante na comparação com diagramas CCT, para avaliar o campo martensítico
Tempo	Parâmetro de avaliação importante na comparação entre diferentes meios de resfriamento e com diagramas CCT

Fonte: Adaptado de Zordão, 2019

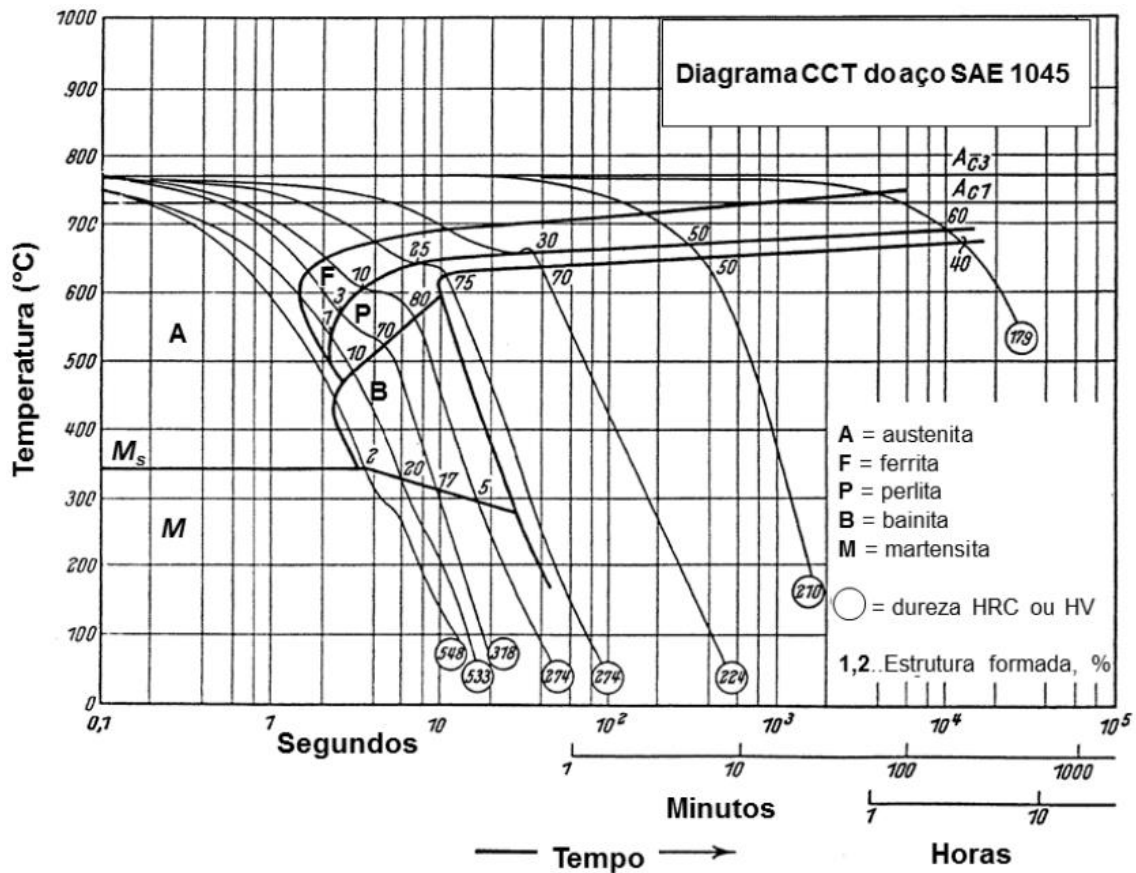
**Figura 5** - Curva de resfriamento e seus respectivos parâmetros



Fonte: Zordão, 2019

Ao analisar um diagrama CCT, como o da Figura 6, observa-se que, para a formação de mais martensita, objetivo do tratamento térmico de têmpera, são necessárias curvas onde a temperatura cai mais abruptamente, ou seja, maiores taxas de resfriamento. Nesse contexto, é desejável que os meios de resfriamento apresentem o primeiro estágio de resfriamento curto, traduzindo-se em camadas de vapor pouco estáveis. Além disso, as taxas de resfriamento no segundo estágio devem ser tão altas quanto o metal suportar, sem apresentar distorções além do aceitável e/ou trincas.

Figura 6 - Diagrama CCT para o aço SAE 1045



Fonte: Adaptado de Voort, 1991.

O estágio de resfriamento por convecção apresenta uma lógica diferente, relacionada com características da transformação martensítica. Segundo Huappla (2011), a obtenção da martensita está associada à transformação da estrutura cúbica de face centrada da austenita em uma estrutura tetragonal de corpo centrado. Isso leva à expansão da estrutura cristalina, denominada deformação de Bain, que pode acarretar deformações macroscópicas na peça. Para que sejam minimizadas as deformações e tensões residuais na peça, o gradiente de temperaturas deve ser minimizado, visando que as transformações ocorram de maneira mais homogênea. Assim, conclui-se que o ideal é que o resfriamento por convecção coincida com a faixa de temperaturas da transição martensítica e apresente baixas taxas de resfriamento.

#### 4.2.4.1 Estágio A

No primeiro estágio, o metal está quente o suficiente para vaporizar o meio de resfriamento, formando uma camada de vapor isolante, responsável pelo baixo coeficiente de transferência de calor  $h$  (Totten, Bates e Clinton, 1993).

#### **4.2.4.2 Estágio B**

À medida que o metal esfria, a camada de vapor perde estabilidade e o líquido começa a entrar em contato com o metal, vaporizando-se instantaneamente e formando bolhas. A temperatura que marca esse rompimento da camada de vapor e início do estágio e nucleação de bolhas é chamada de temperatura de Leidenfrost ( $T_{A-B}$ ) (Leidenfrost, 1966).

O estágio de nucleação de bolhas é quando ocorrem os maiores coeficientes de transferência de calor, pois há grande contato do líquido com a superfície do metal, grande diferença de temperaturas e convecção gerada pela movimentação das bolhas formadas em direção à superfície

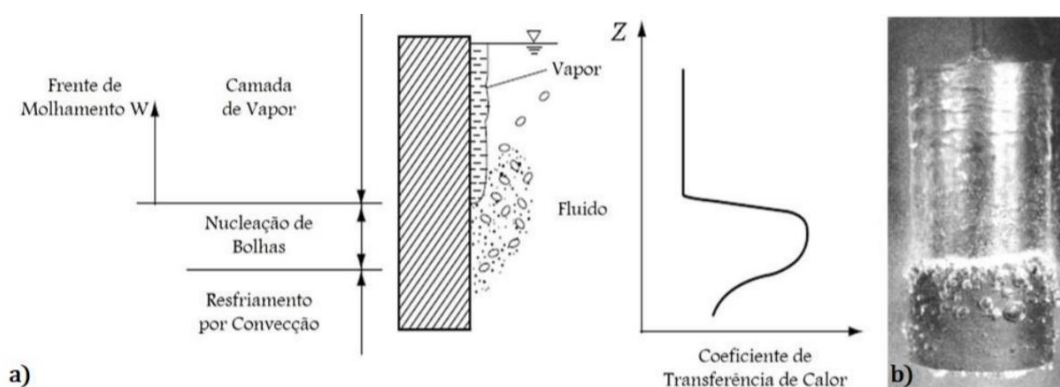
#### **4.2.4.3 Estágio C**

Quando o metal atinge uma temperatura abaixo do ponto de ebulição do líquido, o processo de formação de bolhas no contato da peça com o meio de resfriamento cessa. Assim, inicia-se o estágio de resfriamento por convecção, que dura até o equilíbrio térmico entre o metal e o meio de resfriamento. Esse estágio tem baixo coeficiente de transferência de calor, se comparado com o estágio e nucleação de bolhas (Totten, Bates e Clinton, 1993).

#### **4.2.4.4 Frente de Molhamento**

De acordo com Zordão (2019), os estágios do resfriamento podem ocorrer simultaneamente em uma mesma peça, gerando diferentes coeficientes de transferência de calor para cada parte do objeto. O rompimento da camada de vapor normalmente se inicia em uma região e se propaga ao longo da peça na forma de uma frente de molhamento, como ilustrado na Figura 7.

**Figura 7** – Avanço da frente de molhamento na têmpera em imersão; a) Ilustração do avanço da frente de molhamento de baixo para cima, relacionando com os respectivos coeficientes de transferência de calor; b) Avanço da frente de molhamento em uma peça real



Fonte: Adaptado de Künzel, 1986 e Liščić et. al, 2010

#### 4.2.5 Testes do Poder de Resfriamento

Ao longo dos anos, têm sido desenvolvidos diversos testes e métodos de cálculo para medir o poder de resfriamento e, principalmente, comparar os meios de resfriamento entre si. Assim, torna-se possível comparar os meios de resfriamento e supor as propriedades que serão obtidas em um tratamento através de uma análise desses indicadores e de indicadores de temperabilidade do metal a ser tratado.

##### 4.2.5.1 Poder de Têmpera (HP)

Com base em Chun-huai (2009), poder de têmpera, ou hardening power em inglês (HP), calculado a partir da Equação 4, conhecida como equação de Segerberg (Segerberg e Bodin, 1993), é um parâmetro que apresenta melhor acordo a capacidade de endurecimento dos meios de resfriamento, se comparado com a análise de qualquer um dos parâmetros citados na Tabela 1 sozinho. Entretanto, Chun-huai (2009) evidencia o HP apresenta maior relação com as medidas de dureza para têmperas realizadas em aços carbono que para aços ligados. Para mitigar o problema e trazer um parâmetro mais representativo, Chun-huai (2009) propõe a utilização do poder de têmpera modificado ( $HP_c$ ) através das Equações 5.1, 5.2 e 5.3 para o uso com aços carbono e Equações 6.1, 6.2 e 6.3 para aços ligados.

$$HP = 1,34T_{vp} + 10,88TX_{550} - 3,85T_{cp} \quad (4)$$

$$HP_c = 10[TX_m - 0,25(T_m - 550)] + 10TX_{300} \quad \text{quando } T_m > 550^\circ C \quad (5.1)$$

$$HP_c = 10(TX_m - 0) + 10TX_{300} \quad \text{quando } 500^\circ C \leq T_m \leq 550^\circ C \quad (5.2)$$

$$HP_c = 10[TX_m - 0,25(500 - T_m)] + 10TX_{300} \quad \text{quando } T_m < 500^\circ C \quad (5.3)$$

$$HP_c = 10[TX_m - 0,25(T_m - 500)] + 10TX_{300} \quad \text{quando } T_m > 500^\circ C \quad (6.1)$$

$$HP_c = 10(TX_m - 0) + 10TX_{300} \quad \text{quando } 450^\circ C \leq T_m \leq 500^\circ C \quad (6.2)$$

$$HP_c = 10[TX_m - 0,25(450 - T_m)] + 10TX_{300} \quad \text{quando } T_m < 450^\circ C \quad (6.3)$$

onde:

HP = Poder de têmpera;

HP<sub>c</sub> = Poder de têmpera modificado;

T<sub>vp</sub> = Temperatura de Leidenfrost [°C];

T<sub>cp</sub> = Temperatura de início do estágio C [°C];

TX<sub>550</sub> = Taxa de resfriamento a 550°C [°C/s];

TX<sub>300</sub> = Taxa de resfriamento a 300°C [°C/s];

TX<sub>m</sub> = Taxa de resfriamento máxima [°C/s];

T<sub>m</sub> = Temperatura em que ocorre a maior taxa de resfriamento [°C].

#### 4.2.5.2 Valor V de Tamura

Tamura, Shimizu e Okada (1984) sugeriram um indicador para avaliar a severidade de têmpera que leva em conta não só a taxa de resfriamento, mas também a temperabilidade do metal a ser tratado, retirando informações do seu diagrama CCT. O nome desse indicador é valor V de Tamura, calculado através da equação 7

$$V = \frac{T_{vp} - T_{cp}}{T_s - T_f} \quad (7)$$

onde:

T<sub>s</sub> = Temperatura em que se iniciam as transformações no metal

$T_f$  = Temperatura em que se inicia a transformação martensítica

Ruggieri (1998) afirma que o valor  $V$  foi desenvolvido inicialmente para óleos, que apresentam taxas de resfriamento semelhantes para  $T_{vp}$  e  $T_{cp}$ . Para outros meios de resfriamento, esse indicador pode ser impreciso, necessitando de reajustes para fornecer um bom comparativo.

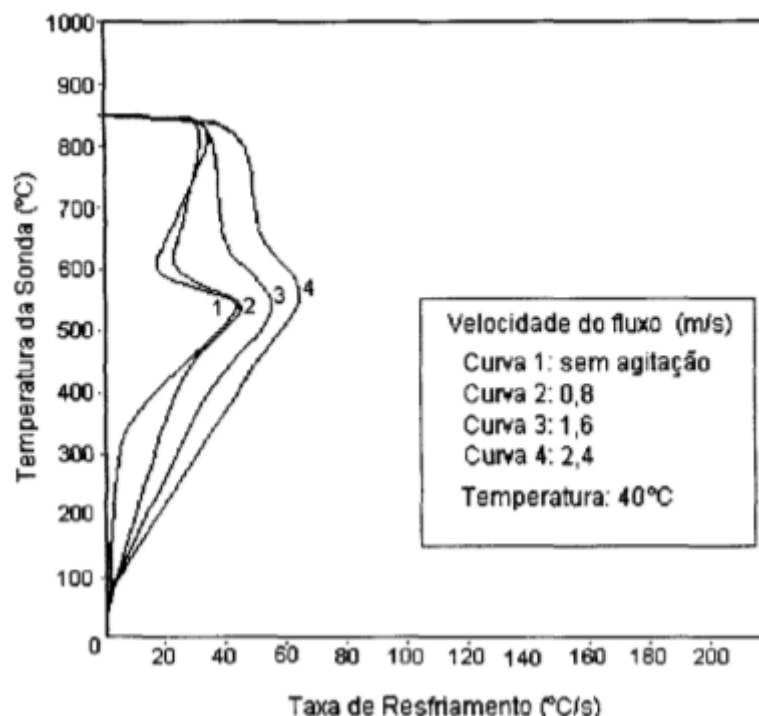
### **4.3 Parâmetros que Influenciam o Resfriamento**

#### **4.3.1 Agitação**

Segundo Begen (1994), a agitação dos banhos de têmpera tem grande efeito na velocidade de resfriamento nos três estágios do processo. O filme de vapor no primeiro estágio é desestabilizado pelo fluxo de óleo contra a superfície da peça, abreviando essa etapa. Durante a nucleação de bolhas, a agitação facilita o desprendimento das bolhas da superfície do metal e intensifica a convecção, tornando mais altas as taxas de resfriamento nessa etapa, como evidencia a Figura 8. Na fase de convecção, a agitação apenas intensifica o fenômeno que dá nome a essa etapa, entretanto, o aumento das taxas de resfriamento nesse momento tem baixo efeito no aumento de dureza da peça tratada, visto que, na maioria dos casos, ela já passou pela "alça" do diagrama CCT. Além de não ter grande influência no aumento de dureza, as taxas de resfriamento mais elevadas durante o estágio de convecção podem causar trincas e empenamento das peças.

De acordo com Hilder (1986), a agitação aplicada nos testes de meios de resfriamento aumenta sua reprodutibilidade e os torna mais próximos dos tratamentos realmente realizados na indústria.

**Figura 8** - Efeitos da agitação nas taxas de resfriamento de um óleo de têmpera



Fonte: Adaptado de Von Bergen, 1994

#### 4.3.2 Temperatura do Banho

Segundo Von Bergen (1994) e Liščić (2016), as modernas formulações de óleos minerais de têmpera apresentam diferenças pouco significativas nas taxas máximas de resfriamento e o momento em que elas ocorrem quando os óleos estão em diferentes temperaturas. Ou seja, estágio de nucleação de bolhas é pouco afetado pela temperatura do banho. Entretanto, ambos os autores evidenciam que o aumento da temperatura representa maior estabilidade da camada de vapor, fator muitas vezes considerado negativo. Além disso, maiores temperaturas dos banhos geralmente resultam em menor distorção e tendências a trincamento do material por conta de menores gradientes térmicos no estágio de resfriamento por convecção.

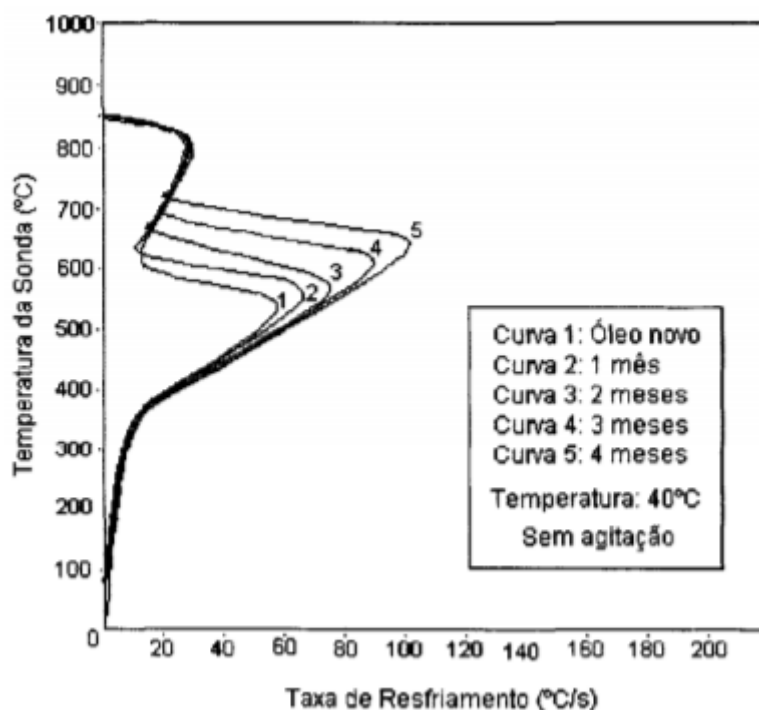
Outros meios de resfriamento podem ser afetados de maneira diferente pela alteração na temperatura dos banhos, como evidencia Zordão (2019) para o resfriamento em água e salmouras. Nesse caso, o aumento de temperatura gera simultaneamente maior estabilidade da camada de vapor, menores e mais tardias taxas máximas de resfriamento e uma têmpera menos severa como um todo.

### 4.3.3 Degradação

Totten, Bates e Clinton (1993) afirmaram que todos os componentes orgânicos dos meios de resfriamento estão sujeitos à degradação durante o tratamento térmico de têmpera. No caso dos óleos, a degradação é relatada pelos próprios fabricantes, podendo ocorrer na forma de perda de aditivos, volatilização de componentes e, principalmente, na degradação termo-oxidativa do próprio óleo devido às altas temperaturas na interface com as peças tratadas. Outro resultado da degradação é a formação de resinas solúveis e ácidos, que também contribuem significativamente para a alteração nas propriedades dos óleos.

Von Bergen (1994) evidencia que, na maioria dos casos, a degradação resulta na menor estabilidade da camada de vapor e aumento da molhabilidade dos óleos, resultando em maiores taxas de resfriamento em todas as etapas do tratamento. O aumento das taxas de resfriamento é especialmente deletério durante a fase de convecção, onde pode ocasionar maiores distorções e trincas nas peças tratadas. A Figura 9 evidencia esse efeito em um óleo testado a 40°C e sem agitação.

**Figura 9** - Efeitos da degradação do óleo nas taxas de resfriamento



Fonte: Adaptado de Von Bergen (1994)

Ruggieri (1998) evidencia que a degradação do óleo pode ser observada por alterações na viscosidade, que geralmente aumenta, formação de borra e incapacidade de atingir as propriedades desejadas no tratamento. Essa incapacidade pode se manifestar através do não atingimento da dureza esperada ou aumento das distorções e surgimento de trincas.

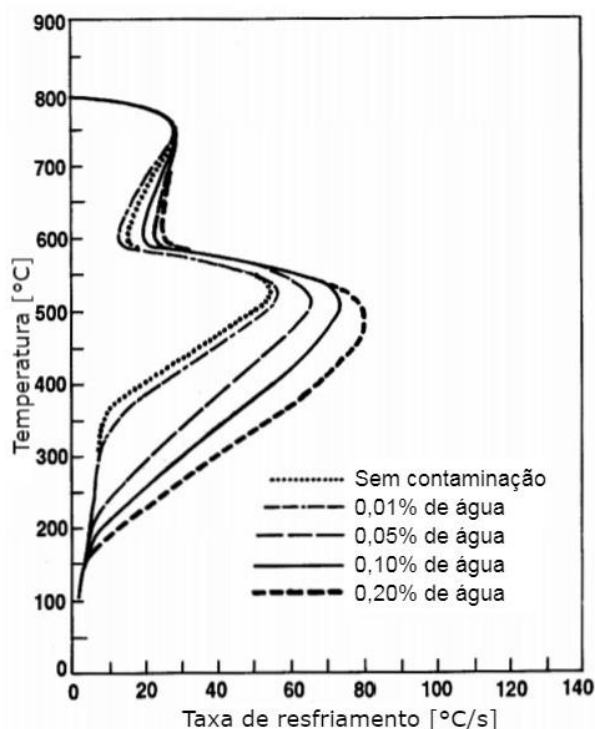
Os efeitos da degradação dos óleos nas propriedades de resfriamento do banho podem ser mitigados através da adição de óleo novo, aditivação, processos de filtragem e decantação. Apesar da tecnologia de aditivos e processos para manutenção do banho, é inevitável que se atinja um ponto em que o óleo não é mais reparável, requerendo a troca do banho como um todo. O descarte desses óleos dos banhos, especialmente os minerais, tem se mostrado um problema pois, se realizado indevidamente, pode gerar grandes impactos ao meio ambiente. As alternativas de tratamento desses óleos são custosas e muitas vezes pouco eficazes em reduzir o impacto desse descarte aos níveis considerados ideais.

#### **4.3.4 Contaminação**

De acordo com Wachter, Totten e Webster (1997), a água é o principal e mais comum contaminante dos óleos de têmpera. Sua origem mais normalmente é de vazamentos dos sistemas de refrigeração dos banhos e condensação da água contida na atmosfera. Devido a sua imiscibilidade nos óleos, a água pode causar regiões de dureza desigual na superfície da peça, por conta da formação de pequenos pontos de camada de vapor diferentes dos formados pelo óleo. Como se pode observar na Figura 10, apenas 0,05% de água já é capaz de causar alterações severas nas propriedades e óleos convencionais, aumentando consideravelmente as taxas de resfriamento, principalmente durante a nucleação de bolhas e convecção, que podem resultar em maiores distorções e trincas. Além da água, sais, íons metálicos, borra formada e os próprios produtos de degradação dos óleos podem atuar como contaminantes.

Como forma de retirar a água presente nos banhos de têmpera, pode ser realizada a segregação e drenagem dela, ou mesmo o aquecimento do banho acima da temperatura de ebulição da água para que ela evapore.

**Figura 10** - Influência da contaminação por água em um óleo de têmpera convencional



Fonte: Adaptado de Wachter, Totten e Webster (1997)

Apesar da grande influência nos óleos convencionais, Canale et al. (1997) evidenciaram que, para óleos acelerados, a contaminação com água não representa alterações nas características das curvas de resfriamento. Entretanto, ocorreu forte formação de precipitado, indicando a possível perda de aditivos, que poderia influenciar na degradação prematura do banho.

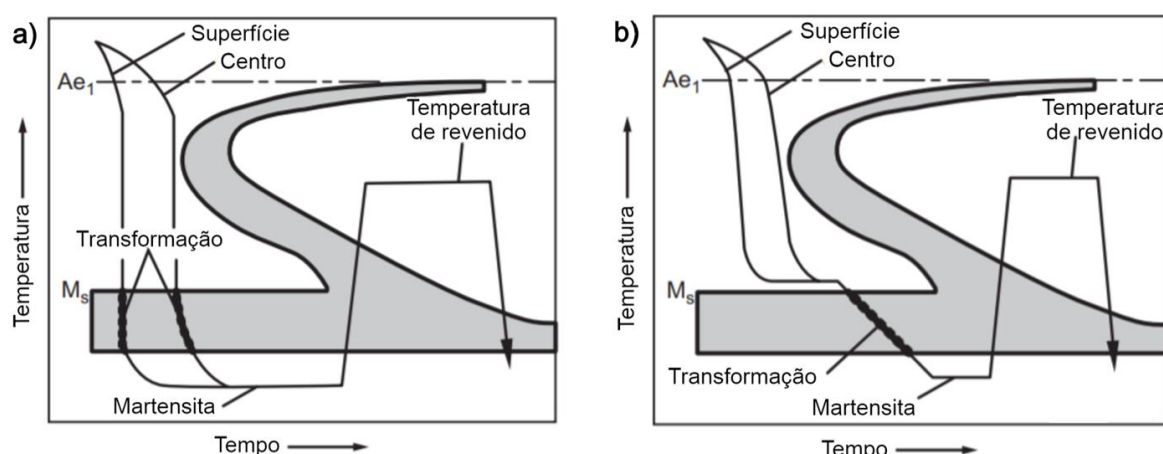
#### 4.4 Martêmpera

Singh (2020) descreve a martêmpera como um processo análogo à têmpera, com a diferença da temperatura do meio de resfriamento e objetivo de se obter menores tensões residuais. Na martêmpera, o metal também é aquecido a temperaturas acima da temperatura de austenitização ( $A_{e1}$ ), que em seguida é mergulhado em um meio de resfriamento que se encontra em alta temperatura, geralmente acima do ponto martensítico ( $M_s$ ), até o equilíbrio térmico. Logo após, a peça é retirada do meio de resfriamento e resfriada lentamente, normalmente ao ar, para manter uma baixa diferença de temperaturas entre as partes do material e assim gerar menos tensões residuais, deformações e possíveis trincas. Segundo Totten,

Bates e Clinton (1993), os óleos de martêmpera são óleos usados em temperaturas entre 95 e 230°C.

Assim como a têmpera, a martêmpera também é seguida de revenido, a fim de diminuir as tensões residuais e a fragilidade da martensita. A Figura 11 ilustra as diferenças entre a têmpera e a martêmpera.

**Figura 11** - Diagrama TTT com as curvas de resfriamento do tratamento de a) têmpera convencional; b) martêmpera



Fonte: Adaptado de Singh, 2020

## 5 MATERIAIS E MÉTODOS

### 5.1 Óleos Testados

Para a realização do trabalho, foram utilizados 11 óleos, sendo um deles vegetal (Bio-Quench 700), dois óleos minerais de martêmpera (Martemp 600 E e Martemp 712) e todos os outros óleos minerais de têmpera convencional ou acelerados. Os óleos foram cedidos pelas empresas Packblend® (Energis 8 Brasil®), e Houghton®. A Tabela 2 indica os óleos da Packblend® testados e a Tabela 3 os da Houghton®, bem como seus respectivos lotes.

**Tabela 2** - Lista de óleos da Packblend® utilizados nos experimentos

Packblend	Lote
Artemp 15	1803011353
Artemp 16	1803011355
Artemp 25	28082018
Energis Quench 15	001EQ015/18

Fonte: Autor

**Tabela 3** - Lista de óleos da Houghton utilizados nos experimentos

<b>Óleo</b>	<b>Lote</b>
Houghto-Quench 100	11209046
Houghto-Quench G 25	14153011
Houghto-Quench KB	18221004
Houghto-Quench KM	18172024
Martemp 600 E	13196010
Martemp 712	13255031
Bio-Quench 700	14181020

Fonte: Autor

Se conseguiu com as empresas as fichas técnicas dos óleos Bio-Quench 700, Houghto-Quench 100, Houghto-Quench G 25, Martemp 600 E e Martemp 712, disponíveis nos apêndices do relatório.

## **5.2 Viscosidades**

A viscosidade cinemática de todas as amostras foi determinada segundo a ASTM D445-12 (ASTM, 2012b), utilizando um viscosímetro automático da marca Herzog, modelo HVU 481, com capilares do tipo Ubbelohde. As amostras foram testadas nas temperaturas de 40, 60, 80, 100 e 120°C, medidas automaticamente após o sistema da máquina entrar em estado estacionário.

### **5.2.1 Cálculo dos Índices de Viscosidade (VI)**

Para o cálculo dos índices de viscosidade dos óleos, foi utilizado um software de cálculo baseado na ASTM D2270-10 (ASTM, 2010a), publicado pela empresa Anton Paar GmbH (Anton Paar, 2020), onde se insere as viscosidades a 40°C e 100°C para obter o índice de viscosidade do óleo testado.

## **5.3 Pontos de Fulgor**

Os pontos de fulgor foram determinados de acordo com a ASTM D92 (ASTM, 2018), onde se colocou cerca de 70ml do óleo a ser testado em um recipiente, que por sua vez foi posicionado sobre uma placa aquecedora. Um termômetro foi posicionado no líquido para medir sua temperatura e um aparato, que faz com que uma chama passe, periodicamente, à cerca de 1cm acima da superfície do óleo, foi

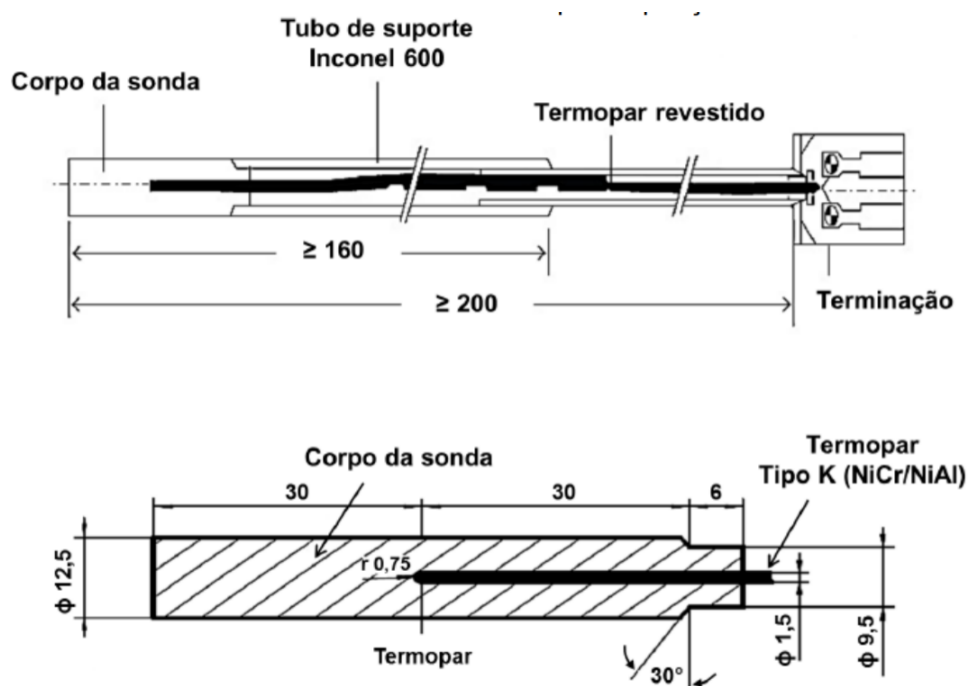
ativado. Quando o vapor do óleo sofreu ignição, registrou-se a temperatura dele, sendo essa temperatura o ponto de fulgor. O experimento foi realizado em duplicatas, sendo repetido caso a diferença entre as medições excedesse 5°C. Os resultados apresentados são uma média entre os dois resultados do teste.

#### 5.4 Elaboração das Curvas de Resfriamento

Os materiais e métodos para as curvas de resfriamento do trabalho se baseiam nos utilizados por Zordão (2019). As curvas de resfriamento foram obtidas em duplicatas, para verificação rápida da replicabilidade dos testes. Verificada a replicabilidade (semelhança entre as curvas), as curvas apresentadas no relatório foram feitas a partir da média dos resultados das duplicatas. Os ensaios foram realizados com os óleos a 60°C, medidos com um termômetro de mercúrio.

O ensaio baseou-se na norma ASTM D6200 (2012), onde se utilizou uma sonda de Inconel 600<sup>®</sup> padronizada, com 12,5 mm de diâmetro e 60 mm de comprimento e um termopar do tipo K (NiCr/NiAl) posicionado no centro geométrico da sonda, como indica a Figura 12.

**Figura 12** - Geometria da sonda de Inconel 600<sup>®</sup> utilizada nos ensaios



Fonte: Adaptado de Chen et al., 2006

A sonda foi aquecida em um forno elétrico até atingir  $850 \pm 2$  °C, sendo mergulhada rapidamente em um recipiente com 2L do fluido testado, que foi

anteriormente aquecido a 60°C em uma chapa aquecedora da marca Quimis®, modelo Q313I21. A queda de temperatura em função do tempo foi registrada a 8Hz, pelo sistema de aquisição de dados da fabricante National Instruments®, modelos SCXI-1000DC e NI SCXI-1600 e do software Labjack®.

Para a obtenção da curva da Taxa de resfriamento x Tempo, realizou-se a primeira derivada da curva da Temperatura x Tempo obtida no experimento, como evidenciado na Equação 7.

$$TX = \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{T_1 - T_2}{0,125} \quad (7)$$

onde:

TX = Taxa de resfriamento [°C/s]

T<sub>1</sub> = Temperatura mais alta [°C]

T<sub>2</sub> = Temperatura mais baixa [°C]

Δt = 8Hz = 0,125s

Os parâmetros obtidos das curvas de resfriamento, de acordo com a Tabela 1, foram organizados em tabelas, de maneira a facilitar a comparação entre os óleos.

#### **5.4.1 Cálculos do Poder de Resfriamento**

##### **5.4.1.1 Cálculo do Poder De Têmpera (HP)**

Utilizou-se tanto o método para o cálculo do poder de têmpera proposto por Chun-huai (2009) para aços carbono (Equações 5.1, 5.2 e 5.3), quanto o método tradicional proposto por Segerberg e Bodin (1993) para a comparação da severidade de têmpera entre os óleos. Além disso, todas as informações necessárias para o cálculo para o cálculo do poder de têmpera para aços ligados foram tabeladas, de maneira a facilitar os cálculos, caso necessário.

##### **5.4.1.2 Cálculo do Valor V de Tamura**

Para o cálculo do valor V, utilizou-se como base o diagrama CCT do aço SAE 1045 da Figura 6, para que haja concordância e comparabilidade com os métodos de

cálculo de HP e  $HP_c$  utilizados, que também tomaram como base aços carbono. A diferença entre a  $T_s$  e a  $T_f$  encontrada foi de 350°C.

## 6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 6.1 Comparação das Viscosidades

Os resultados dos testes de viscosidade foram sintetizados na Tabela 4, de maneira a facilitar a comparação entre os óleos. O óleo que apresentou maiores viscosidades foi o Martemp 712, seguido pelo Martemp 600E, que por serem óleos de martêmpera, têm temperaturas de trabalho mais altas e devem apresentar uma viscosidade mínima nessas temperaturas, de maneira a garantir a molhabilidade das peças tratadas e não prejudicar a troca de calor. Como esperado, fora os óleos de têmpera, o óleo Bio-Quench 700 foi o que apresentou maior viscosidade, visto que em geral os óleos vegetais tendem a ter maior viscosidade que os minerais.

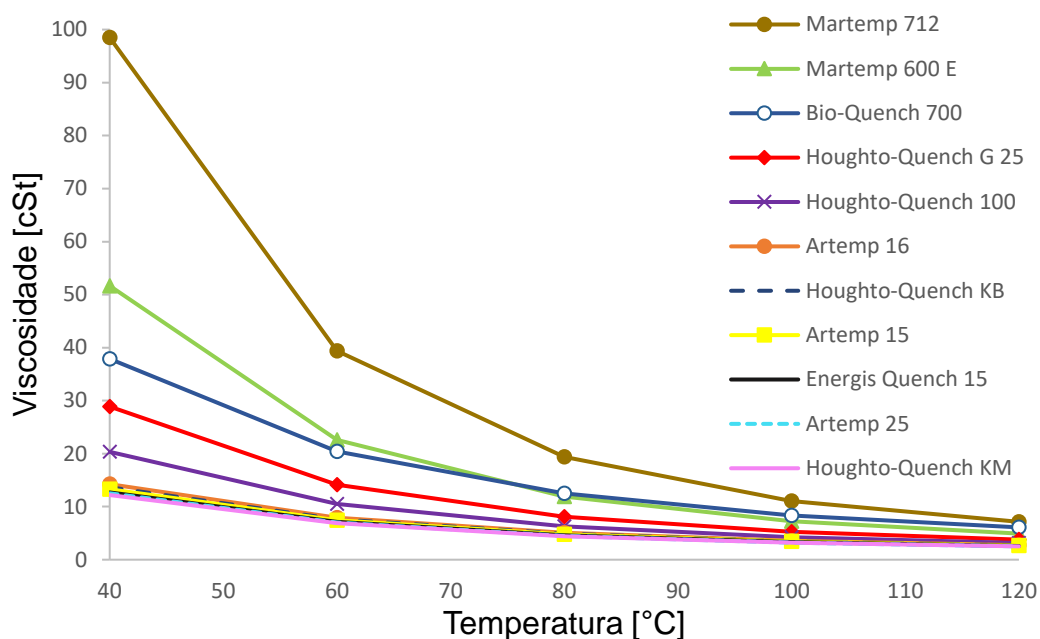
**Tabela 4** - Viscosidades dos óleos estudados a 40, 60, 80, 100 e 120°C

Óleo	Viscosidade [cSt]				
	40°C	60°C	80°C	100°C	120°C
Artemp 15	13,2730	7,4383	4,7936	3,4258	2,6509
Artemp 16	14,239	7,9088	5,0540	3,5795	2,7481
Artemp 25	12,5170	6,9802	4,4924	3,2313	2,5160
Energis Quench 15	12,6800	7,1277	4,6054	3,3034	2,5756
Houghto-Quench 100	20,3410	10,4970	6,3120	4,2383	3,1528
Houghto-Quench G 25	28,8810	14,1170	8,1222	5,2673	3,7834
Houghto-Quench KB	13,6560	7,6422	4,8971	3,4728	2,6885
Houghto-Quench KM	12,1940	6,8579	4,4391	3,2030	2,5128
Martemp 600 E	51,6570	22,5840	11,9300	7,2406	4,9191
Martemp 712	98,4980	39,3960	19,4030	11,0680	7,1371
Bio-Quench 700	37,8780	20,4320	12,4760	8,3512	6,0924

Fonte: Autor

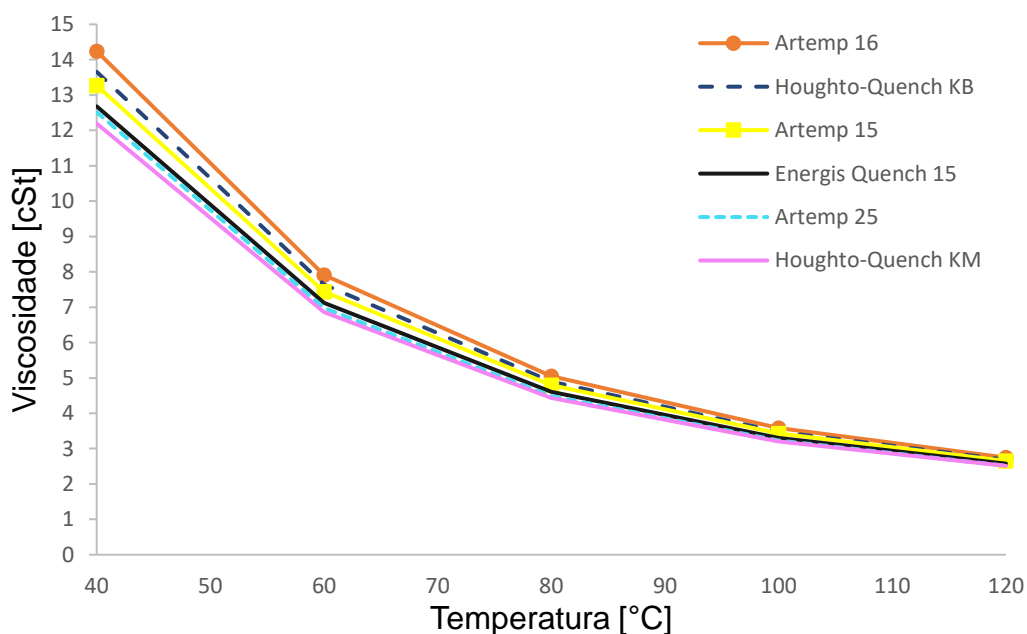
A Figura 13 apresenta o comportamento das viscosidades dos óleos testados em função da temperatura. Por conta dos valores próximos dos seis óleos com menor viscosidade, foi elaborada a Figura 14 apenas com eles, de maneira dar mais visibilidade às diferenças de viscosidade.

**Figura 13** - Comportamento da viscosidade cinemática de todos os óleos testados em função da temperatura



Fonte: Autor

**Figura 14** - Comportamento da viscosidade cinemática dos seis óleos de menor viscosidade testados em função da temperatura



Fonte: Autor

### 6.1.1 Análise dos Índices de Viscosidade (VI)

A Tabela 5 retoma as viscosidades a 40 e 100°C e apresenta os índices de viscosidade calculados a partir desses valores para cada um dos óleos. O Bio-Quench

700 apresentou maior VI, se comparado com os óleos minerais. Esta característica pode ser explicada pelas interações intermoleculares mais intensas apresentadas pelos óleos vegetais, se comparados com os minerais (Lawal, Choudhury e Nukman, 2012)

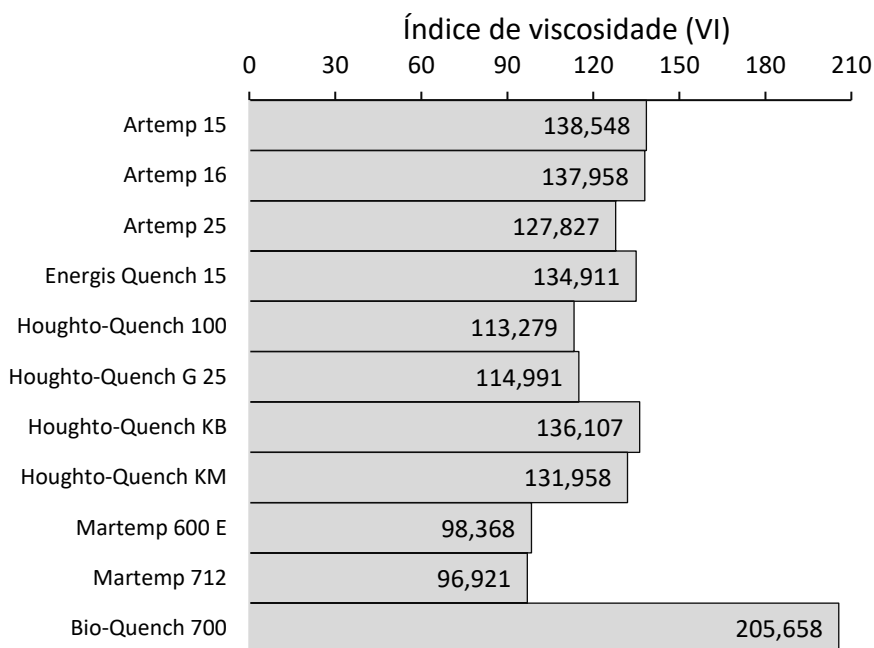
Foi possível observar também que os óleos de maior viscosidade apresentaram os menores VI, confirmando os dados da Figura 13, onde se observa os óleos de maior viscosidade atingindo valores próximos aos óleos de menor viscosidade, quando comparados em altas temperaturas, ou seja, quedas mais abruptas na viscosidade.

**Tabela 5** - Viscosidades a 40 e 100°C dos óleos testados e seus respectivos índices de viscosidade

Óleo	Viscosidade [cSt]		VI
	40°C	100°C	
Artemp 15	13,2730	3,4258	138,548
Artemp 16	14,2390	3,5795	137,958
Artemp 25	12,5170	3,2313	127,827
Energis Quench 15	12,6800	3,3034	134,911
Houghto-Quench 100	20,3410	4,2383	113,279
Houghto-Quench G 25	28,8810	5,2673	114,991
Houghto-Quench KB	13,6560	3,4728	136,107
Houghto-Quench KM	12,1940	3,2030	131,958
Martemp 600 E	51,6570	7,2406	98,368
Martemp 712	98,4980	11,0680	96,921
Bio-Quench 700	37,8780	8,3512	205,658

Fonte: Autor

Para facilitar a comparação entre os índices de viscosidade de maneira mais visual, foi elaborada a Figura 15, que sintetiza os dados de VI em um gráfico de barras horizontais.

**Figura 15** - Comparativo entre os índices de viscosidade calculados

Fonte: Autor

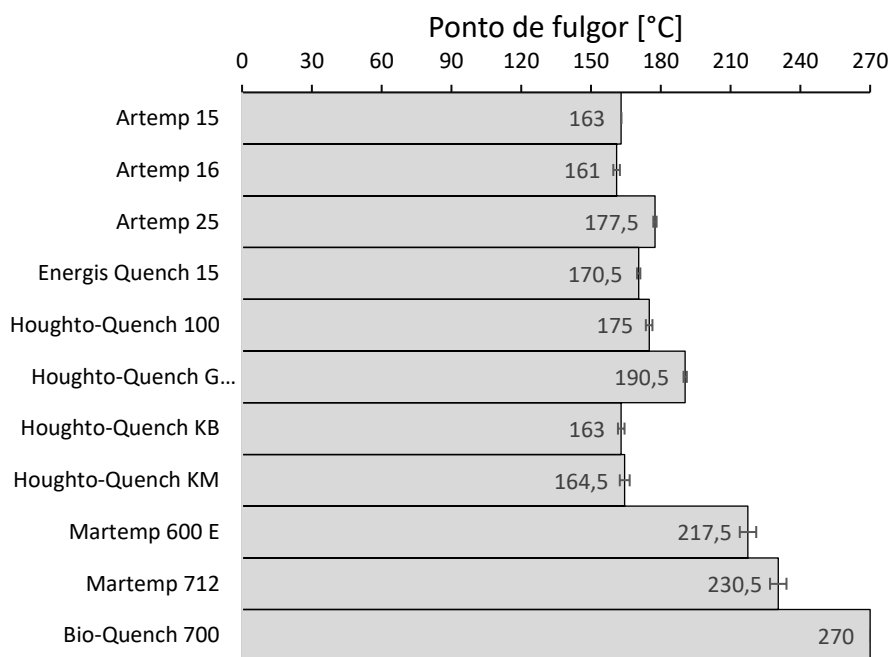
## 6.2 Pontos de Fulgor

As médias das medidas de ponto de fulgor, bem como seus respectivos desvios padrão, foram sintetizadas na Figura 16. No caso do óleo Bio-Quench 700, não foi possível determinar o ponto de fulgor, pois o equipamento só conseguiu esquentar ele até 270°C, atingindo o estado estacionário nesse ponto por conta das perdas de calor para o ambiente. Os óleos vegetais tendem a apresentar maior ponto de fulgor, se comparados aos minerais, portanto, o resultado já era esperado. Apesar dos pontos de fulgor e índices de viscosidade geralmente elevados, os óleos vegetais não são recomendados para o processo de martêmpera, pois apresentam menor estabilidade termo-oxidativa, se comparados com os óleos minerais. A degradação acelerada desses óleos em processos a temperaturas mais elevadas leva à rápida deterioração das propriedades originais de resfriamento e, conseqüentemente, baixa durabilidade do banho.

Considerando a margem de segurança de 40°C, recomenda-se utilizar o óleo de martêmpera Martemp 712 a, no máximo, 190,5°C e o Martemp 600E a, no máximo 177,5°C. Apesar dessa regra geral, é importante ressaltar que ela garante a segurança, mas não que os óleos não entrem em processo de degradação abaixo

dessas temperaturas. Cabe realizar testes mais precisos que avaliem a temperatura em que se inicia a degradação desses óleos, como a Calorimetria Exploratória Diferencial com Pressão (PDSC). Além disso, é importante preparar curvas de resfriamento desses óleos nas temperaturas em que eles serão utilizados, a fim de determinar se eles realmente atendem as propriedades de resfriamento desejadas.

**Figura 16** - Médias e desvios padrão dos pontos de fulgor



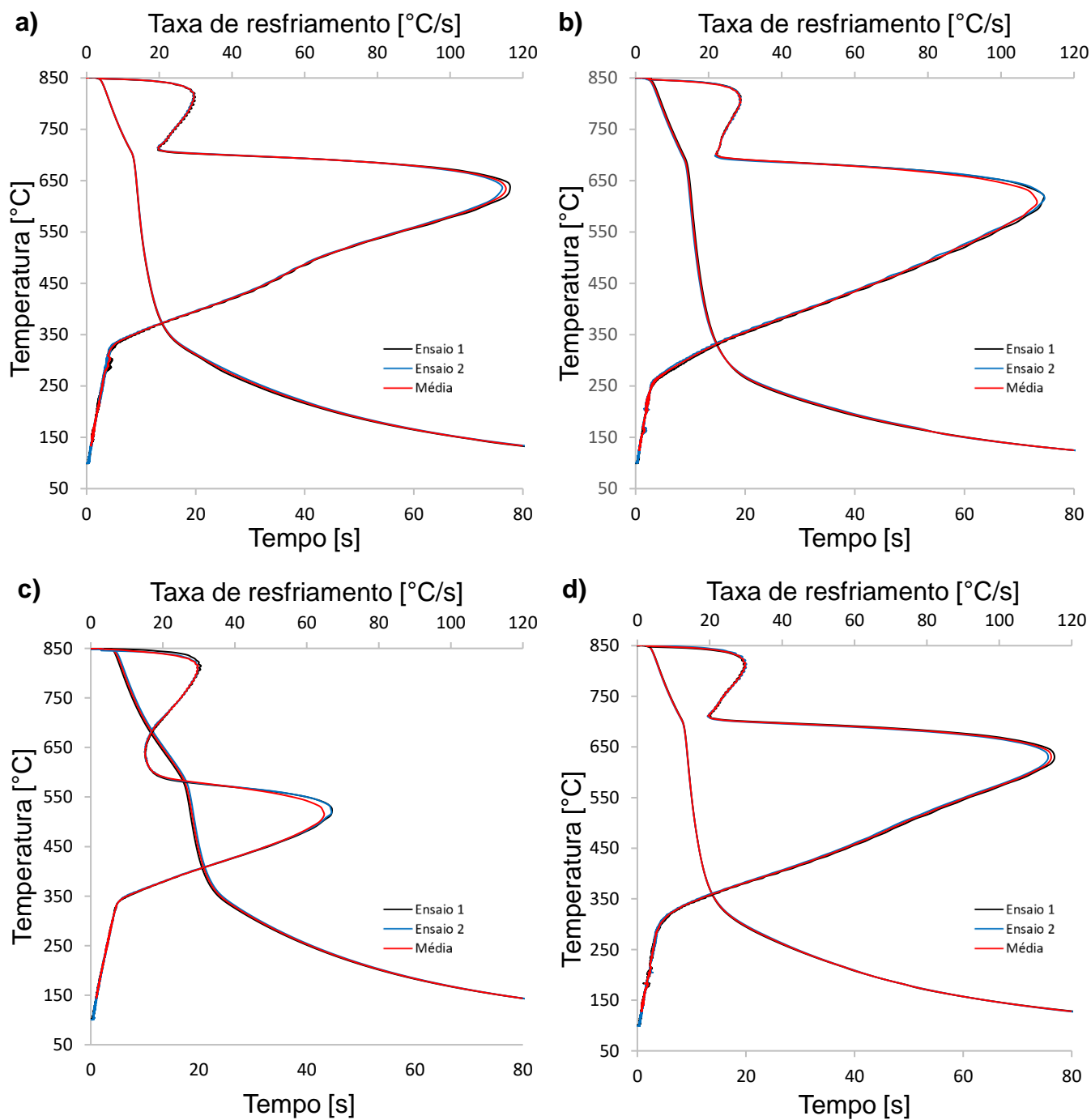
Fonte: Autor

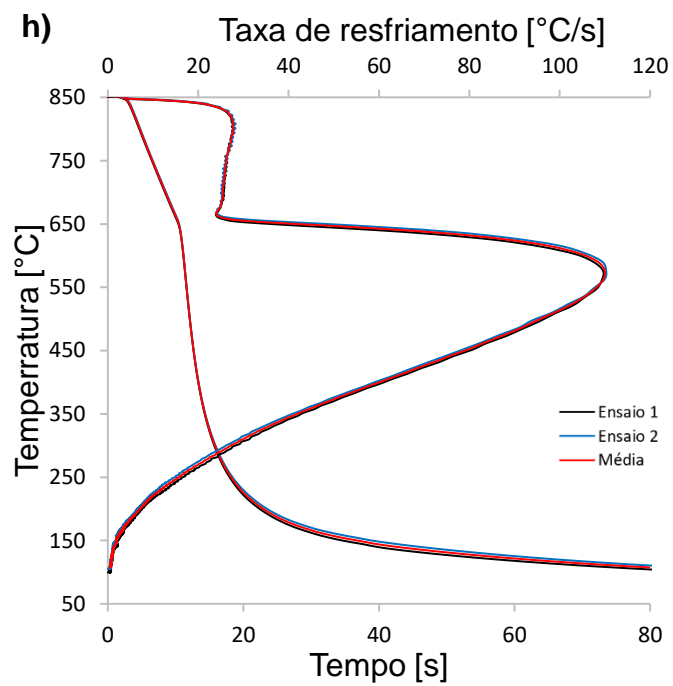
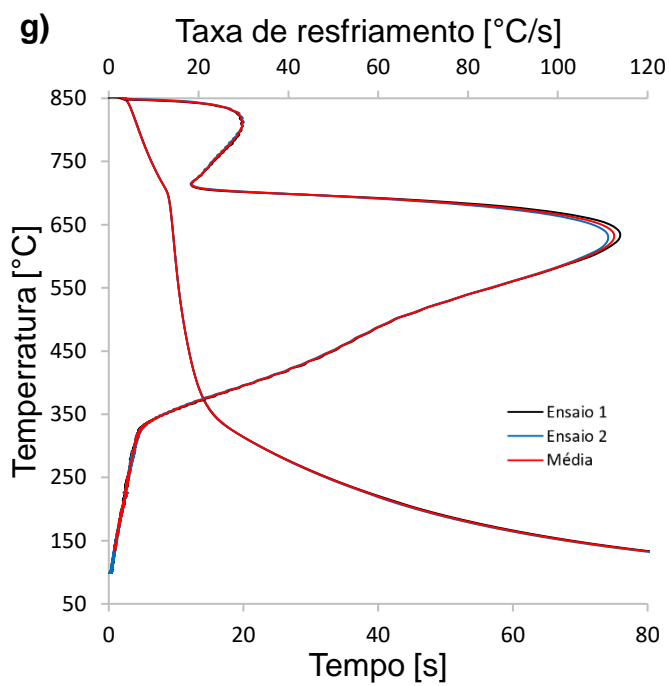
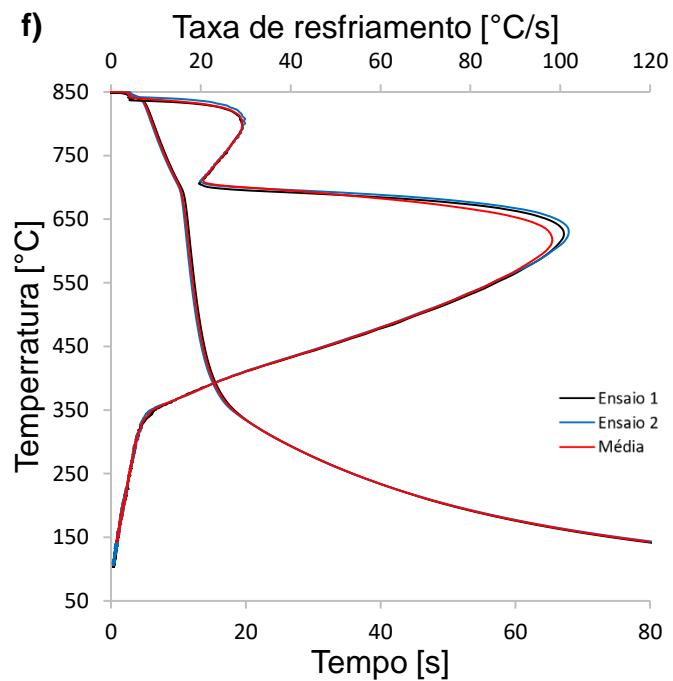
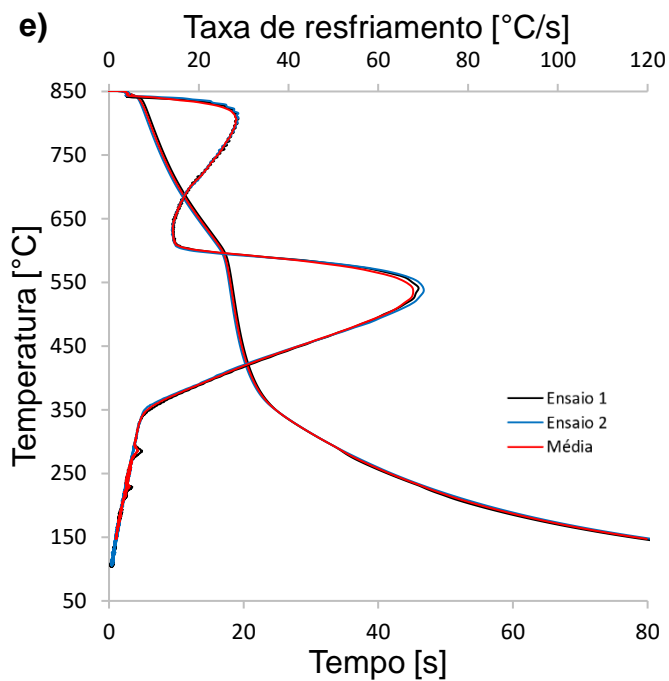
### 6.3 Comparação das Curvas de Resfriamento

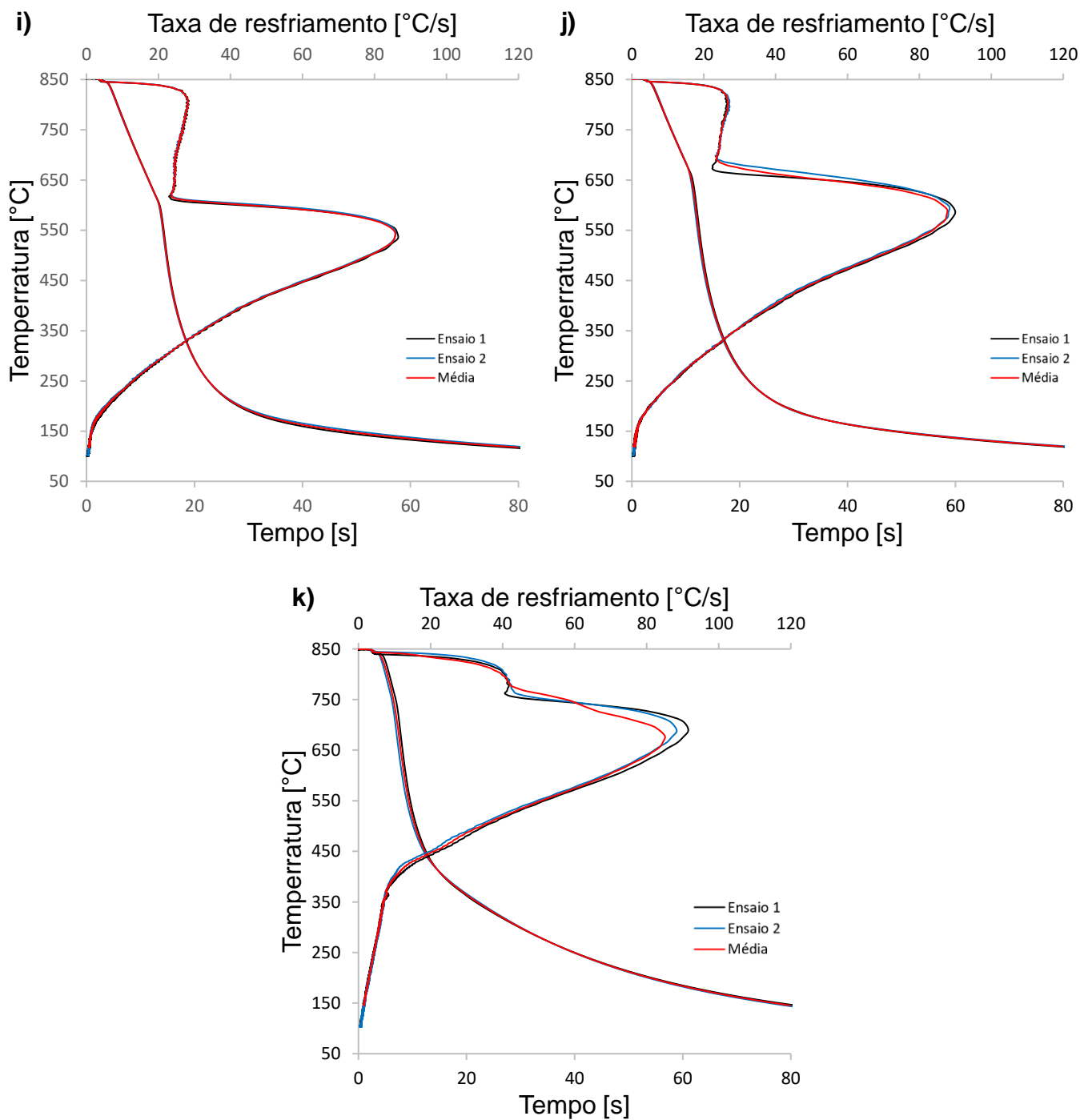
Utilizou-se o Excel® para consolidar os gráficos das curvas de resfriamento testadas (Figura 17), das quais foram retirados e resumidos em tabelas os parâmetros mais importantes para as análises das curvas e cálculo do  $HP_c$ .

Os óleos de martêmpera também foram testados a 60°C para que fossem comparados todos os óleos nas mesmas condições, mas sugere-se realizar os testes nas respectivas temperaturas de utilização dos óleos em trabalhos futuros, comparando-os com os resultados deste.

**Figura 17** - Curvas de resfriamento dos óleos testados; a) Artemp 15; b) Artemp 16; c) Artemp 25; d) Energis Quench 15; e) Houghto-Quench 100; f) Houghto-Quench G25; g) Houghto-Quench KB; h) Houghto-Quench KM; i) Martemp 600E; j) Martemp 712; k) Bio Quench 700.







Fonte: Autor

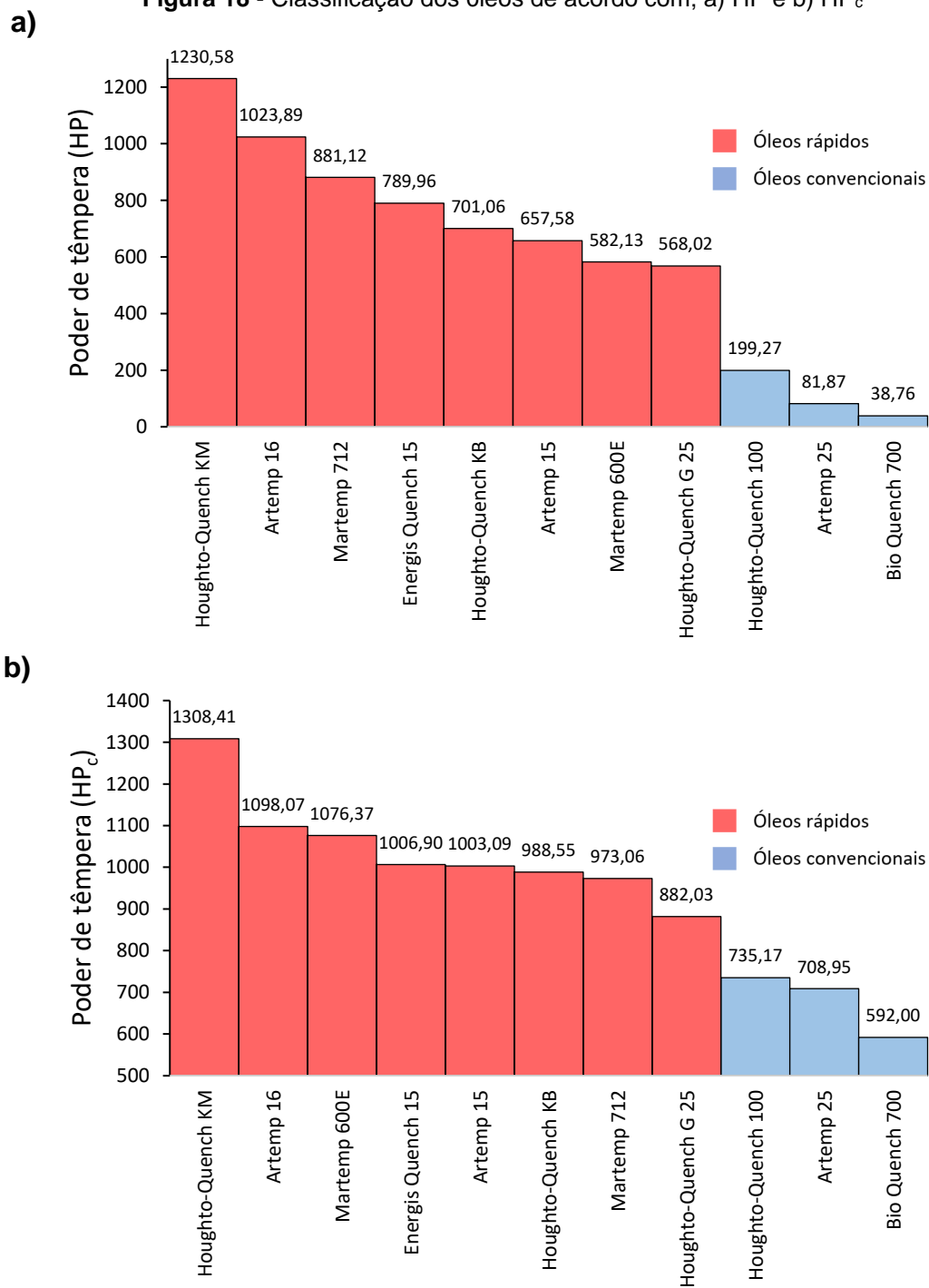
### 6.3.1 Classificação Segundo o Poder de Resfriamento

#### 6.3.1.1 Classificação dos Óleos Segundo o Poder de Têmpera (HP)

A Figura 18 apresenta os valores de HP e  $HP_c$  respectivamente, colocando os óleos em ordem de poder de resfriamento. É possível notar que os valores de HP são mais díspares entre si, se comparados com os encontrados através do cálculo do  $HP_c$ .

Em ambos os casos, os óleos Houghto-Quench 100, Artemp 25 e Bio Quench 700 foram os últimos colocados e, com base na categorização feita por Ruggieri (1998), classificados como óleos convencionais. Os demais óleos foram categorizados como óleos rápidos.

**Figura 18** - Classificação dos óleos de acordo com; a) HP e b) HP<sub>c</sub>.



Fonte: Autor

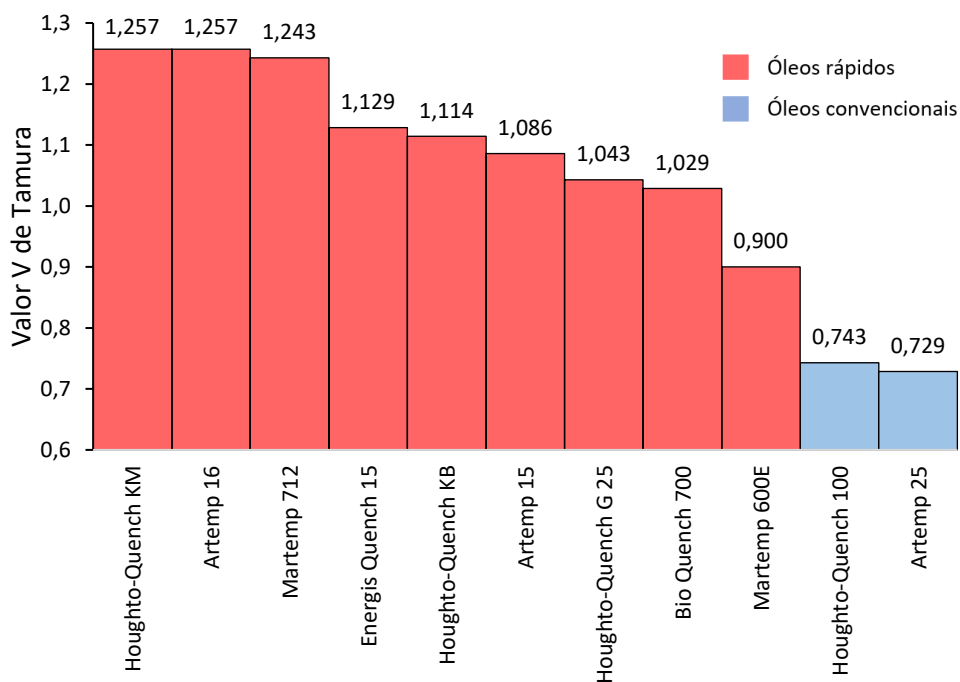
Os óleos Martemp inverteram suas posições nas escalas, pois para o cálculo do HP, o Martemp 712 apresenta maior temperatura de Leidenfrost, maior taxa de resfriamento a 550°C e menor temperatura de início do estágio C que o Martemp 600E, ou seja, seu segundo estágio é mais prolongado e com maiores taxas de resfriamento. Já no HP<sub>c</sub>, o Martemp 712 foi prejudicado por apresentar sua taxa máxima ocorrendo muito acima de 550°C e taxa menor a 300°C. O mesmo ocorreu entre os óleos Houghto-Quench KB e o Artemp 15. A grande importância dada por esses métodos o momento em que a peça atinge 550°C é por conta de essa ser a faixa de temperatura onde se tem o ponto mais à esquerda das curvas CCT dos aços não ligados ("bico" das curvas). Para evitar cruzar as linhas do diagrama nessa região, o ideal é que as taxas de resfriamento sejam altas nesse momento do resfriamento.

#### **6.3.1.2 Classificação dos Óleos Segundo o Valor V de Tamura**

Basicamente, o valor V de Tamura se constitui como uma razão entre o tamanho do estágio de nucleação de bolhas e o tamanho da região de transformação de fases que não são as de interesse do tratamento térmico (no caso, todas as fases não martensítica), em graus Celsius. Apesar da simplicidade, o método faz sentido, visto que o estágio de nucleação de bolhas é quando ocorrem as maiores taxas de resfriamento. Entretanto, o método falha em não considerar a magnitude das taxas de resfriamento, que faz toda a diferença na severidade do resfriamento. Da mesma maneira que no item anterior, os óleos foram classificados em ordem decrescente em um gráfico de barras.

Nesse caso, apenas o Houghto-Quench 100 e o Artemp 25 foram classificados como óleos convencionais. O Bio Quench 700, que ficou em último nas classificações anteriores, foi beneficiado por sua etapa de camada de vapor mais curta em relação aos óleos que ficaram para trás na classificação.

Apesar de disparidades, principalmente na categorização dos óleos que ficaram na região intermediária classificações, foi possível observar que o Houghto-Quench KM e o Artemp 16 sempre ficaram nas primeiras posições. Além disso, os óleos classificados como convencionais se mantiveram nas últimas posições, apesar da mudança do Bio Quench 700 sob a ótica do valor V, como observado na Figura 19.

**Figura 19** - Classificação dos óleos de acordo com o valor V de Tamura

Fonte: Autor

## 6.4 Discussões Finais

Para facilitar o comparativo, organizou-se os dados dos óleos na Tabela 6. Apesar da influência de todos os parâmetros para a têmpera, observou-se que nenhum parâmetro por si só é capaz de explicar o comportamento de um fluido de resfriamento por completo. Os métodos de classificação do poder de resfriamento ajudam a ter um melhor direcionamento sobre a severidade de têmpera gerada pelos óleos, mas nenhum deles pode ser considerado uma classificação absoluta ou padrão.

Cabe ressaltar que os óleos foram testados em laboratório, com apenas uma sonda, em banhos pequenos e sem agitação. As propriedades dos óleos nas aplicações industriais, onde muitas vezes são tratadas várias peças simultaneamente, em grandes banhos com sistemas de refrigeração e agitação podem ser completamente diferentes. As próprias formulações dos óleos podem ter sido pensadas para proporcionar benefícios nesse tipo de aplicação industrial que podem ter passado despercebidos nesse trabalho. Além disso, esse trabalho utilizou óleos novos e não avalia a fundo suas propriedades após o uso prolongado. Dessa forma,

os resultados desse trabalho devem ser utilizados como direcionadores e facilitadores para a seleção do óleo de têmpera, mas não como fatores absolutos e indiscutíveis.

Apesar dos fatores levantados facilitarem o comparativo entre os óleos e a limitação do escopo de análise por categorias, o método mais adequado de seleção de um meio de resfriamento ainda é a análise cuidadosa das curvas de resfriamento e comparativo com os diagramas CCT do metal a ser tratado, tendo em mente as propriedades desejadas. Essa análise permite pressupor as fases formadas durante o resfriamento do metal e, conseqüentemente, suas propriedades. Vale ressaltar ainda que a espessura e geometria da peça tratada podem interferir na escolha dos meios de resfriamento, visto que as velocidades de resfriamento e, conseqüentemente, as fases formadas são diferentes da superfície para o centro dos objetos.

**Tabela 6** - Resumo dos dados obtidos a partir dos experimentos

Óleo	Parâmetros											
	TX <sub>m</sub> [°C/s]	T <sub>m</sub> [°C]	T <sub>vp</sub> [°C]	T <sub>cp</sub> [°C]	TX <sub>700</sub> [°C/s]	TX <sub>600</sub> [°C/s]	TX <sub>300</sub> [°C/s]	V <sub>40°C</sub>	VI	HP	HP <sub>c</sub>	V
Artemp 15	115,3	635,8	705	325	31,6	110,6	6,4	13,273	138,55	657,6	1003,1	1,09
Artemp 16	109,8	605,6	695	255	22,0	109,8	13,9	14,239	137,96	1023,9	1098,1	1,26
Artemp 25	64,8	514,5	595	340	19,2	17,2	6,1	12,517	127,83	81,9	708,95	0,73
Energis Quench 15	114,3	629,5	705	310	25,9	109,4	6,2	12,68	134,91	790,0	1006,9	1,13
Houghto-Quench 100	67,8	534,7	605	345	18,1	19,1	5,8	20,341	113,28	199,3	735,17	0,74
Houghto-Quench G 25	98,1	612,1	705	340	25,7	98,1	5,6	28,881	114,99	568,0	882,03	1,04
Houghto-Quench KB	112,4	626,9	710	320	29,3	110,3	5,7	13,656	136,11	701,1	988,55	1,11
Houghto-Quench KM	110,0	576,1	660	220	25,4	104,7	27,4	12,194	131,96	1230,6	1308,4	1,26
Martemp 600 E	85,7	536,5	615	300	24,6	37,9	22,0	51,657	98,368	582,1	1076,4	0,90
Martemp 712	87,7	591,2	685	250	23,8	86,0	19,9	98,498	96,921	881,1	973,06	1,24
Bio-Quench 700	85,1	677,0	760	400	77,2	70,8	5,9	37,878	205,66	38,8	592	1,03

Fonte: Autor

## 7 CONCLUSÃO

A partir dos dados obtidos, concluiu-se que não é possível determinar a adequabilidade de um meio de resfriamento somente a partir de um parâmetro, ou mesmo a partir do cálculo simplificado utilizando apenas poucos parâmetros obtidos a partir da curva de resfriamento.

Não foi possível traçar um padrão entre as viscosidades e índices de viscosidade medidos e a classificação dos óleos como meios de resfriamento. Isso provavelmente se deu porque, apesar de muito importante para o comportamento dos fluidos de resfriamento, a viscosidade não define sozinha o comportamento deles, podendo os fabricantes balancear essa característica com as outras dos óleos através de aditivos.

Os indicadores para classificação dos meios de resfriamento apresentaram razoável concordância entre si, mas sua adequabilidade aos resultados de dureza obtidos em um tratamento não foi avaliada, podendo esse ser o escopo de trabalhos futuros.

O HP é um indicador que valoriza mais a taxa de resfriamento a 550°C que as temperaturas de transição entre os estágios, que caracterizam a duração do estágio de nucleação de bolhas. Apesar de semelhante, o  $HP_c$  valoriza mais a taxa de resfriamento a 300°C e a taxa máxima de resfriamento, bem como o momento em que ela ocorre. O valor V de Tamura já apresenta uma visão mais restrita com relação à curva de resfriamento, focando apenas na duração da fase de nucleação de bolhas e não em suas taxas de resfriamento, mas apresenta o benefício de levar em conta as transformações do diagrama CCT do metal a ser tratado.

Para cada tratamento térmico, deve-se observar o material a ser tratado e os requisitos relativos a propriedades físicas (como resistência a tração, resistência ao impacto, dureza etc. e propriedades geométricas (empenamento e dilatação) antes de se selecionar o meio de resfriamento. De acordo com os requisitos do processo, deve-se observar parâmetros diferentes dos meios de resfriamento. Por isso, esse trabalho buscou elencar o máximo de parâmetros possíveis, permitindo uma seleção e comparação mais assertiva entre os meios de resfriamento.

## BIBLIOGRAFIA

Anton Paar GmbH. **ASTM D2270 / Viscosity Index (VI) from 40°C and 100°C**. Disponível em: <[https://wiki.anton-paar.com/br-pt/indice-de-viscosidade-vi-de-40-c-a-100-castm-](https://wiki.anton-paar.com/br-pt/indice-de-viscosidade-vi-de-40-c-a-100-castm-d2270/?tx_apcalculators_calculator%5Baction%5D=calculate&tx_apcalculators_calculator%5Bcontroller%5D=Calculator)

[d2270/?tx\\_apcalculators\\_calculator%5Baction%5D=calculate&tx\\_apcalculators\\_calculator%5Bcontroller%5D=Calculator](https://wiki.anton-paar.com/br-pt/indice-de-viscosidade-vi-de-40-c-a-100-castm-d2270/?tx_apcalculators_calculator%5Baction%5D=calculate&tx_apcalculators_calculator%5Bcontroller%5D=Calculator)>. Acesso em: 25 de outubro de 2020

**ASTM D2270-10e1**: Standard practice for calculating viscosity index from kinematic viscosity as 40 and 100°C. West Conshohocken, 2010a. DOI: 10.1520/D2270-10E01.

**ASTM D445-12**: Standard test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity). West Conshohocken, 2012b. DOI: 10.1520/D0445-12.

**ASTM D6200 (2012)**: Standard test method for determination of cooling characteristics of quench oils by cooling curve analysis. West Conshohocken, 2012c, DOI:10.1520/D6200-01R12.

**ASTM D92-18**: Standard test method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester. West Conshohocken, 2018. DOI: 10.1520/D0092-18.

Atgur, V.; Manavendra G.; Desai G.P. **Experimental Investigation of Thermal Conductivity and Specific Heat and Thermal Degradation of Vegetable Oils For A Range Of Temperature**. Research Journal of Chemical and Environmental Sciences Vol 4 [4S] 2016.107-111.

Buchmayr, B.; Kirkaldy, J. S. Modeling of the temperature field, transformation behavior, hardness and mechanical response of low alloy steels during cooling from the austenite region. **Journal of heat treating**, v. 8, n. 2, p. 127-136, 1990.

Chen, N. L. et al. The effects of probe geometric shape on the cooling rate curves obtained from different quenchants. **Solid State Phenomena**, v. 118, p. 227-232, 2006

Chun-huai, C., Jing-en, Z., **Analysis of the Segerberg Hardening Power Equation**. J. ASTM Intl., Vol. 6, No. 1. doi:10.1520/JAI101922, 2009.

Dos Santos, C. N. **Aspectos cristalográficos da transformação martensítica de uma liga Fe-27% Ni**. 2008. Tese de Doutorado. Instituto Militar de Engenharia.

Hilder, N. A. Polymer Quenchants - A Review. **Heat Treatment of Metals**, v. 13, n. 1, p. 15-26, 1986.

Huappla, E. A. **Caracterização da transformação martensítica em temperaturas criogênicas**. 2011. Dissertação de Mestrado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo.

Kobasko, N. I., Carvalho de Souza, E., Canale, L. C. F., and Totten, G. E., **Vegetable Oil Quenchants: Calculation and Comparison of the Cooling Properties of a Series of Vegetable Oils**. *Strojnis̃ki Vestnik*, Vol. 56, No. 2, 2010, pp. 131–142.

Künzel, Thomas. **Einfluß der Wiederbenetzung auf die allotrope Modifikationsänderung tauchgekühlter Metallkörper**. 1986. Tese de Doutorado. Technische Universität München.

Lawal, S. A.; Choudhury, I. A.; Nukman, Y. Application of vegetable oil-based metalworking fluids in machining ferrous metals—a review. **International Journal of Machine Tools and Manufacture**, v. 52, n. 1, p. 1-12, 2012.

Leidenfrost, Johann Gottlob. On the fixation of water in diverse fire. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, v. 9, n. 11, p. 1153-1166, 1966.

Lišćić, B. Measurement and Recording of Quenching Intensity in Workshop Conditions Based on Temperature Gradients. **Materials Performance and Characterization**, v. 5, n. 1, p. 209-226, 2016.

Lišćić, B. et. al **Quenching theory and technology**; 2nd Ed; CRC Press, 2010.

Manning, R. E.; Hoover, M. R. Flow properties and shear stability. **ASTM MANUAL SERIES MNL**, p. 833-878, 2004.

Otero, R. L. S. **Calculation of Kobasko's simplified heat transfer coefficients from cooling curve data obtained with small probes**. *Journal of ASTM International*, v. 9, n. 4, p 1-8, 2012.

Otero, R. L. S. **Potencialidade do uso de formulações de óleo de soja epoxidado e éster metílico de ácido graxo como fluidos de resfriamento no tratamento térmico de têmpera de aços**. 2017. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

Ruggieri, J. E. **Classificação dos óleos de têmpera nacionais**. Dissertação (Mestrado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1998.

Segeberg, S.; Bodin J. Measurement and Evaluation of the Quenching Power of Quenching Media for Hardening, *Heat Treatment of Metals*, Vol, 20, No 4, p. 15-23, 1993

Simencio-Otero, R. L.; Canale, L. C. F.; Totten, G. E. Use of vegetable oils and animal **oils as steel quenchants: a historical review** 1850-2010. *Journal of ASTM International*, V. 9, n. 1, 38 p., 2012.

Singh, Ramesh. **Heat treatment of steels**. *Applied Welding Engineering* p. 105-118 *Applied Welding Engineering*, 2020.

Tamura, I.; Shimizu, N.; Okada, T. A method to judge the quench-hardening of steel from cooling curves of quenching oils. **Journal of Heat Treating**, v. 3, n. 4, p. 335-343, 1984.

Totten, G. E.; Bates, C. E.; Clinton, N. A. **Handbook of quenchants and quenching technology**. ASM international, 1993.

Von Bergen, R. T. The effects of quenchant media selection and control on the distortion of engineered steel parts. **Materials Science Forum**. Trans Tech Publications Ltd, 1994. p. 139-150.

Voort, G. F. V. **Atlas of time-temperature diagrams for irons and steels**. ASM international, 1991.

Wachter, D. A.; Totten, G. E.; Webster, G. M. Quenchant fundamentals: Quench oil bath maintenance. **Advanced Materials and Processes**, 1997.

Wu, Xiaohui et al. Pollution characteristics of polycyclic aromatic hydrocarbons in common used mineral oils and their transformation during oil regeneration. **Journal of Environmental Sciences**, v. 56, p. 247-253, 2017.

Zordão, L. H. P. **Avaliação de meios de resfriamentos a base de soluções iônicas**. 2019. Dissertação de Mestrado. Universidade de São Paulo.