



(11) **RO 128638 B1**

(51) Int.Cl.
C21D 6/04 (2006.01),
C21D 1/18 (2006.01),
C21D 1/78 (2006.01)

(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 01276**

(22) Data de depozit: **30/11/2011**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/07/2018** BOPI nr. **7/2018**

(41) Data publicării cererii:
30/07/2013 BOPI nr. **7/2013**

(73) Titular:
• **UNIVERSITATEA TEHNICĂ "GHEORGHE
ASACHI" DIN IAȘI,**
*BD. PROF. DIMITRIE MANGERON NR.67,
IAȘI, IS, RO*

(72) Inventatori:
• **BULANCEA VASILE,** *STR. ION CREANGĂ
NR. 72, IAȘI, IS, RO;*

• **GHEORGHIO DIANA-ANTONIA,**
STR.TOMA COZMA NR.14, IAȘI, IS, RO;
• **ACHIȚEI DRAGOȘ CRISTIAN,**
*BD.TUDOR VLADIMIRESCU NR.46, SC.B,
PARTER, AP.3, IAȘI, IS, RO*

(56) Documente din stadiul tehnicii:
CN 102230062 A; CN 102127624 A

(54) **PROCEDEU DE TRATAMENT TERMIC CRIOGENIC,
PENTRU PIESE DIN OȚEL CU CONȚINUT RIDICAT
DE CARBON**



RO 128638 B1

1 Invenția se referă la un procedeu de tratament termic, incluzând și tratament
criogenic, destinat reperelor metalice realizate din oțel cu conținut ridicat de carbon, și are
3 ca domeniu tehnic de aplicație construcția de mașini.

5 Invenția are ca obiectiv eficientizarea tratamentului termic complex de
călire-tratament criogenic, aplicat unor mărci de oțel de scule. Scopul invenției este atins prin
7 modificări de tehnologie. Modificările propuse de invenție cresc eficiența economică a tratării
termice a oțelurilor cu conținut ridicat de carbon, prin reducerea duratei de lucru, iar valorile
9 caracteristicilor mecanice obținute pentru piesele prelucrate (în special rezistența la uzare)
prezintă, în urma procesării, în conformitate cu recomandările cuprinse în prezenta invenție,
o repetabilitate mult sporită.

11 Tratamentul criogenic este recomandat unei largi game de piese realizate din
materiale feroase și neferoase, metalice și nemetalice, obținute prin turnare, deformare
13 plastică sau sinterizare (**US 6141974 A**), dar se aplică cel mai frecvent în cazul oțelurilor, în
special celor mediu și înalt aliate, cu conținut ridicat de carbon. O piesă de oțel supusă
15 acestui proces va marca o creștere a durității, îmbunătățirea rezistenței la uzare și creșterea
stabilității dimensionale, creșterea tensiunilor de compresiune în straturile superficiale, pentru
17 oțelurile carburate, îmbunătățirea proprietăților feromagnetice. Pentru unele mărci de oțel se
aplică de curând și în vederea creșterii rezistenței la coroziune.

19 Datorită în special creșterii rezistenței la uzare, care atinge uneori un spor de 600%
față de tratamentul clasic, tratamentul criogenic a cunoscut o utilizare constant ascendentă.
21 Aplicațiile, tot mai frecvente în domeniul construcției de mașini, mai ales în producția de
scule destinate prelucrărilor prin așchiere, deformare plastică la cald sau la rece, nu au
23 înregistrat totuși o creștere spectaculoasă. Prudența în utilizarea tratamentului criogenic,
precum și lipsa unor standarde în domeniu se datorează unei repetabilități relativ modeste
25 a rezultatelor, precum și duratei extrem de mari a prelucrării termice în ansamblul ei. Asupra
acestor aspecte acționează invenția cuprinsă în prezentul document.

27 Tratamentul criogenic al pieselor din oțel nu este un tratament de sine stătător. El
este o continuare a călirii clasice, răcirea sub zero fiind inițial introdusă cu scopul reducerii
29 cantității de austenită reziduală. Austenita reziduală este o componentă structurală inerentă
la călirea clasică, în cazul oțelului cu conținut ridicat de carbon și elemente de aliere.
31 Atingerea punctului de final al transformării austenită-martensită M_f , pentru oțelul înalt aliat,
are loc la răcirii în domeniul frigului mediu, cel mult 173 K, dar îmbunătățirile de proprietăți
33 sunt remarcabile la atingerea frigului adânc, aproximativ 77 K, asociate unei mențineri
îndelungate la aceste temperaturi.

35 Există tehnologii/opinii care, după atingerea temperaturii M_f , acceptă imersarea în
agentul de răcire aflat la temperatura minimă (**US 5259200 A**, **US 5875636 A**). Acest tip de
37 tratament scurtează durata răcirii pentru atingerea temperaturii minime. După atingerea
temperaturii minime urmează un timp de menținere la această temperatură. Încălzirea la
39 temperatura ambiantă se face de asemenea cu viteze moderate spre mici. Ciclul de
tratament este încheiat, la fel ca pentru tratamentul de călire, de o revenire; de regulă, după
41 tratamentul criogenic se recomandă o revenire joasă.

43 Durata minimă de menținere la temperaturi negative se recomandă, în marea
majoritate a cazurilor, să fie de minimum 36 h. Unele tehnologii recomandă mențineri de 72 h
sau chiar de ordinul unei săptămâni. Variantele nu se raportează la o calitate a oțelului tratat,
45 sau la obținerea unui anumit tip de caracteristică mecanică. Acest interval de menținere
afectează intens eficiența economică și chiar pe cea tehnică a tratamentului criogenic, atât
47 prin timpul intrinsec, cât și prin consumurile pe care le generează. Revenirea la temperatura
ambiantă este, de asemenea, de durată, viteza de încălzire fiind comparabilă cu cea de la
49 răcire.

RO 128638 B1

Este de amintit faptul că la răcire unele surse recomandă asigurarea unor praguri de menținere cu rolul de uniformizare a temperaturii în secțiunea pieselor.	1
Calitatea tratamentului termic complet depinde de:	3
- gradul de omogenitate al austenitei după încălzire;	
- dimensiunea grăuntelui de austenită rezultat în urma încălzirii;	5
- capacitatea materialului de a crea la temperaturi negative un număr mare de germeni de cristalizare pentru carburile fine, precementitice, germeni omogen distribuiți în masa metalică.	7
Din documentul CN 102230062 A este cunoscut un procedeu de tratament termic de îmbunătățire a proprietăților mecanice ale unui oțel de matrițe 9SiCr, constând într-o fază de încălzire la temperatură înaltă, de austenitizare, de 880...920°C, răcire izotermă în ulei la 230...260°C, pre-călire la 160...200°C timp de 1 h, și apoi tratament criogenic timp de minimum 24 h, la temperaturi între -130 și -190°C, și călire finală la 180...200°C.	9
De asemenea, documentul CN 102127624 A prezintă un procedeu de tratament criogenic pentru oțeluri, constând în coborârea temperaturii oțelului de la 20°C la 192...196°C sub zero, ridicarea temperaturii la 100...120°C după prima menținere pe palierul termic, coborârea temperaturii la -(192...196)°C, după o a doua menținere, și apoi ridicarea temperaturii la 20°C, după a treia menținere pe palierul termic.	11
La aproape 50 de ani de la primele aplicații, repetabilitatea, certitudinea obținerii unor rezultate identice/comparabile pentru tratamentele criogenice este încă o problemă. Pentru același material, același reper și aceeași tehnologie valorile proprietăților țintă obținute după tratament manifestă o dispersie greu de acceptat. A doua problemă este durata tratamentului, uneori inadmisibil de mare din punct de vedere economic.	13
Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unor proprietăți mecanice de duritate și rezistență ale unor oțeluri cu conținut ridicat de carbon, printr-un tratament termic de călire inclusiv criogenică, și cu reducerea duratei de tratament termic.	15
Procedeul de tratament termic criogenic, pentru piese din oțel cu conținut ridicat de carbon, conform invenției, rezolvă această problemă tehnică prin aceea că este realizat prin fazele de: încălzire pentru călire, răcire până la temperatura critică de răcire pentru călire, specifică oțelului tratat, și răcire criogenică la temperaturi intens negative, încălzirea pentru călire fiind realizată cu o creștere a temperaturii maxime cu 20...30 K peste temperatura maximă standard de austenitizare recomandată pentru oțelul respectiv, și cu reducerea timpului de menținere, răcirea până la temperatura critică de răcire pentru călire specifică oțelului respectiv fiind urmată de pendulare modestă, cu ±20 K, a temperaturii în jurul acestei valori termice, iar răcirea criogenică la temperaturi intens negative fiind realizată la 77 K, și fiind urmată de realizarea unui număr de 2...5 cicluri de încălzire/răcire între această temperatură minimă și temperatura critică de răcire specifică oțelului.	17
Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:	19
- prin soluția propusă, durata etapei de tratament la temperaturi cuprinse între temperatura de sfârșit de transformare martensitică și temperatura minimă de lucru, temperatura azotului lichid, se reduce cu peste 50%;	21
- în cadrul testelor efectuate pe repere de formă diferită, s-a constatat simultan o reducere a dispersiei rezultatelor tratamentului, respectiv, uniformizarea valorilor obținute pentru caracteristicile de interes: rezistența la uzare și durabilitatea.	23
Invenția este prezentată pe larg în continuare, în legătură și cu fig. 1...3, ce reprezintă:	25
- fig. 1, ciclul termic clasic de tratament termic criogenic;	27
- fig. 2, ciclul termic de tratament criogenic conform invenției;	29
- fig. 3, comparație între ciclul termic clasic și cel conform invenției.	31

RO 128638 B1

1 În esență, tratamentul termic complet, inclusiv tratamentul criogenic pentru o piesă
(sculă, rulment, componentă a aparatelor de măsură și alte elemente din construcția de
3 mașini) se desfășoară conform diagramei din fig. 1. În vederea prelucrării termice,
piesa/șarja este încălzită la temperaturi din domeniul de stabilitate al austenitei, temperaturi
5 dependente de compoziția chimică a materialului, temperatura de austenizare T_A . Încălzirea
materialului are ca scop omogenizarea compoziției chimice, dizolvarea cât mai completă și
7 uniformă a tuturor elementelor de aliere, inclusiv carbonul, în masa dominant alcătuită din
fier. Pentru fiecare marcă de oțel există standarde privind domeniul de temperaturi (limita
9 minimă/maximă) în care trebuie încălzit materialul, precum și recomandări legate de durata
menținerii. După parcurgerea acestei etape I, când se poate considera că s-a atins un nivel
11 de omogenitate a compoziției și a temperaturii în toată masa piesei/șarjei, aceasta este răcită
rapid (călire clasică) la temperatura ambiantă T_a , într-o variantă tehnologică selectată, de
13 asemenea, în funcție de compoziția chimică și proprietățile termofizice ale materialului
pieselor. Piese din oțel cu conținut ridicat de carbon, și cele aliate cu conținut ridicat de
15 carbon prezintă, după această primă etapă, o structură dominant martensitică alături de un
conținut de austenită reziduală ce poate atinge până la 20% din volumul de material la
17 temperatura ambiantă. Deoarece austenita reziduală este o fază caracterizată de duritate
redușă, prezența ei în piesele prelucrate termic este de evitat. Menținerea la temperatura
19 ambiantă a pieselor are ca efect creșterea stabilității componenteii nedorite, austenita
reziduală. De aceea este necesar ca, în cel mai scurt timp posibil, practic în continuare,
21 răcirea să continue sub zero grade, până la atingerea temperaturii de sfârșit de transformare
martensitică M_f . Efectul tratamentului, mai ales creșterea rezistenței la uzare, atinge un
23 maximum după răcirea la temperaturi mult mai mici decât M_f .

25 Etapa de încălzire este condusă în funcție de recomandările specifice pentru
materialul de prelucrat și geometria piesei conform recomandărilor pentru tratamentul termic
clasic de călire.

27 Etapa de tratament criogenic II se desfășoară după proceduri dezvoltate
experimental, nestandardizate. Sunt acceptate câteva variante privind mediul de răcire
29 (uscat sau umed) și modul de răcire pe domeniul sub zero.

31 Se consideră mediu uscat atunci când răcirea se realizează în curent gazos de
temperatură corespunzătoare celei de tratament, iar mediu umed atunci când răcirea are loc
prin imersie în mediul rece.

33 Recomandările tehnologice converg în aplicarea unei răciri sub zero, cu viteze
moderate, curba a (0,5...2 K/min), până la temperatura de încheiere a transformării
35 martensitice M_f . După atingerea acestei temperaturi, se acceptă în general posibilitatea
creșterii vitezei de răcire până la atingerea temperaturii minime, cel mai frecvent 77 K. Viteza
37 de răcire în acest domeniu variază între moderată, curba a, și cea corespunzătoare imersării
în agentul de răcire, curba b. Alegerea uneia sau alteia dintre variantele descrise mai sus
39 depinde și de tipul instalației disponibile.

41 Tratamentul criogenic se adresează în special mărcilor de oțel carbon cu conținut
ridicat de carbon, oțelurilor aliate și înalt aliate, precum și oțelurilor ce au suportat un
tratament de cementare și călire. Pentru tratamentul criogenic nu există recomandări
43 standardizate.

45 Deoarece tratamentul criogenic este continuarea unui tratament clasic de călire, este
natural să se aibă în vedere acest element la proiectarea ciclului termic de la temperaturi
pozitive, respectiv, încălzirea pentru călire. Încălzirea pentru călire, precum și durata de
47 menținere la temperatură înaltă fixează caracteristicile austenitei la răcire, uniformitatea de
compoziție chimică și mărimea grăuntelui austenitic.

RO 128638 B1

Prezenta invenție propune, pentru creșterea uniformității rezultatelor, adaptarea regimului de încălzire în vederea călirii solicitărilor specifice tratamentului criogenic.	1
În acest sens se propune creșterea temperaturii maxime recomandate de încălzire în vederea călirii cu 20...30 K, simultan cu reducerea duratei de încălzire.	3
În domeniul temperaturilor negative, pentru reducerea duratei de tratament, invenția folosește variația temperaturii piesei pe două paliere: zona temperaturilor frigului mediu, sub temperatura de sfârșit de transformare martensitică, și zona temperaturilor foarte joase. Variația de temperatură are ca efect reducerea drastică a duratei de menținere la temperaturi negative. Reducerea duratei este consistent mai mare în cazul instalațiilor cu posibilitate de imersare în azot a șarjei, variația de temperatură fiind obținută prin scufundarea-extragerea șarjei/piesei.	5
Aplicarea acestei scheme de lucru aduce următoarele avantaje:	11
- încălzirea la temperaturi superioare cu maximum 30 K a temperaturii maxime recomandate pentru austenitizare asigură omogenizarea austenitei la încălzire. O soluție solidă omogenă permite obținerea unei martensite dispuse în plachete relativ mari, și un nivel mediu de austenită reziduală. Această structură de temperatură înaltă este uniformă și capabilă să asigure existența ambelor faze după călire. Prezența unei soluții omogene și a unei cantități corespunzătoare de austenită reziduală va asigura o structură martensitică uniformă. Nu trebuie omis timpul de menținere mai scurt sau cel mult egal cu durata standard corespunzătoare dimensiunilor piesei. Durata maximă include și timpul aferent reducerii temperaturii maxime până la valoarea recomandată pentru începerea tratamentului clasic.	13
Aplicarea schemei de tratament sub zero, constând din pendulări la temperaturi inferioare temperaturii de sfârșit de transformare martensitică, temperatura critică de răcire, precum și pendularea în domeniul $T_{cr} \dots T_{min}$ au ca efect reducerea duratei de tratament sub zero. Cel de-al doilea efect este o distribuție mai uniformă a carburilor fine în masa metalică.	15
Se dă în continuare un exemplu de realizare a tehnologiei în conformitate cu fig. 2.	17
Conform ciclului termic propus, prezentat în fig. 2, încălzirea pieselor ce vor suporta un tratament criogenic trebuie să se realizeze cu depășirea temperaturii maxime recomandate de austenitizare cu 20...30 K.	19
Creșterea temperaturii de încălzire determină dizolvarea unei cantități mari de carburi în austenită, mărindu-i gradul de aliere și, implicit, stabilitatea la transformările ulterioare. Se introduce noțiunea de temperatură de austenitizare pentru tratament criogenic T_{Acr} . Simultan, timpul de menținere este redus în medie la ½ din timpul calculat pentru condițiile standard de încălzire. Se obține astfel o structură adaptată mai bine transformărilor ce se vor desfășura în domeniul sub zero, respectiv, grăunți mari de austenită și o compoziție chimică omogenă a acestora.	21
Pentru faza de tratament sub zero se introduce noțiunea de "temperatură critică la răcire", mărime dependentă de compoziția chimică a materialului, și legată strâns de punctul de încheiere al transformării martensitice. Temperatura critică la răcire împarte domeniul 273...77 K în intervale termice tehnologice care sunt caracterizate de viteze diferite de răcire/încălzire.	23
Temperatura critică la răcire este definită de relația:	25
$T_{cr} = M_f - 20$ [K]	27
În funcție de material, temperatura M_f este o valoare determinată experimental pentru marca de oțel, sau poate fi adoptată teoretic pe baza relațiilor de calcul.	29
După răcirea conform normelor de produs până la 293...273 K, piesele sunt răcite în instalația de frig cu viteză redusă (1...5 K/min), până la atingerea temperaturii critice la răcire.	31
La atingerea acestei temperaturi (etapa 1), piesa/șarja este menținută timp de 10 min.	33

RO 128638 B1

1 Se crește temperatura incintei cu 20 K, după care temperatura este din nou redusă la
2 valoarea T_{cr} și menținută la această temperatură alte 10 min. Viteza de încălzire/răcire este
3 în funcție de posibilitățile instalației, fiind chiar de dorit viteze de 10 K/min. Ciclul se repetă
4 de 2...5 ori, fiind necesare mai multe cicluri pentru piesele cu dimensiunea minimă a secțiunii
5 'a' mai mare (tabel).

La încheierea acestui ciclu se trece la tratamentul criogenic profund.

7 După atingerea temperaturii critice la răcire specifică fiecărei mărci de oțel, dar nu
8 mai mult de 153 K, viteza de răcire crește substanțial. Creșterea vitezei de răcire în acest
9 domeniu de temperaturi nu este limitată decât de posibilitățile instalației. În funcție de tipul
10 de instalație disponibil, se poate merge până la imersarea piesei în azot lichid, în cazul
11 instalațiilor cu baie de azot. Pentru instalațiile de tip uscat se va crește debitul de gaz. Pentru
12 eficiență maximă sunt recomandate incintele cu baie de azot lichid.

13 După atingerea temperaturii minime (etapa 2), piesa este menținută la această
14 temperatură un timp proporțional cu dimensiunea cea mai mică a secțiunii. Calculul duratei
15 de menținere se face cu relația:

$$t_{ment} = 30s \times a,$$

17 unde 'a' este dimensiunea cea mai mică a secțiunii piesei, măsurată în milimetri.

Durata de menținere nu va fi mai mică de 10 min.

19 Considerând cazul unei piese imersate în azot lichid, după menținerea timp de 10 min
20 în baie, piesa se extrage și este plasată într-un curent de azot cu temperatura egală cu
21 temperatura critică de răcire, un timp egal cu timpul de imersie. Acest ciclu se aplică
22 piesei/șarjei de 3...5 ori, conform regulilor de la temperatura critică de răcire. După ultimul
23 ciclu și încălzirea până la 173 K, se aplică în continuare tehnologia adecvată materialului și
24 reperului respectiv.

25 Reducerea duratei de tratament este consistentă, așa cum se observă din fig. 3, unde
26 sunt suprapuse ciclurile termice.

27 Obiectivele propuse au fost: reducerea duratei de tratament termic (1) și creșterea
28 repetabilității rezultatelor (2). Cele două soluții introduse în desfășurarea procesului
29 tehnologic contribuie în măsură diferită la ambele obiective.

30 Schema tehnologică poate fi aplicată în toate cazurile în care este recomandată
31 tratarea criogenică a pieselor, cu referire în special la repere fabricate din oțel înalt aliat, cu
32 conținut mare de carbon. Aplicarea schemei are ca efect reducerea duratei de tratament la
33 un nivel inferior pragului de 24 h, în medie, de 16 h, față de durate de până la 72 h, precum
34 și creșterea repetabilității rezultatelor cu până la 25% față de aplicația tratamentului fără
35 aceste modificări de tehnologie.

37 *Număr de pendulări în domeniul temperaturii critice la răcire în funcție de dimensiunea
38 minimă a secțiunii 'a'*

39	Dimensiunea secțiunii 'a', mm	Număr de pendulări
	Sub 20	2
41	20...40	3
	40...75	4
43	Peste 75	5

RO 128638 B1

Revendicare

1

Procedeu de tratament termic criogenic, pentru piese din oțel cu conținut ridicat de carbon, realizat prin fazele de încălzire pentru călire, răcire până la temperatura critică de răcire pentru călire, specifică oțelului tratat, și răcire criogenică la temperaturi intens negative, **caracterizat prin aceea că** încălzirea pentru călire este realizată cu o creștere a temperaturii maxime cu 20...30 K peste temperatura maximă standard de austenitizare recomandată pentru oțelul respectiv, și cu reducerea timpului de menținere, răcirea până la temperatura critică de răcire pentru călire specifică oțelului respectiv: $T_{cr} = M_f - 20$ [K] este urmată de pendulare modestă, cu 20 K, a temperaturii între T_{cr} și M_f , cu menținere de circa 10 min, iar răcirea criogenică la temperaturi intens negative este realizată la circa 77 K, și este urmată de realizarea unui număr de 2...5 cicluri de încălzire/răcire între această temperatură minimă și temperatura critică de răcire specifică oțelului, cu menținere de minimum 10 min, în funcție de dimensiunea piesei.

(51) Int.Cl.
 C21D 6/04 (2006.01),
 C21D 1/18 (2006.01),
 C21D 1/78 (2006.01)

Fig. 1

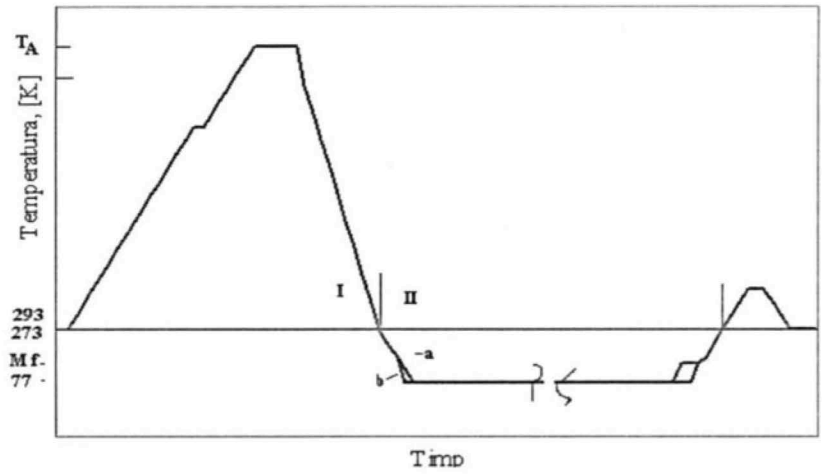


Fig. 2

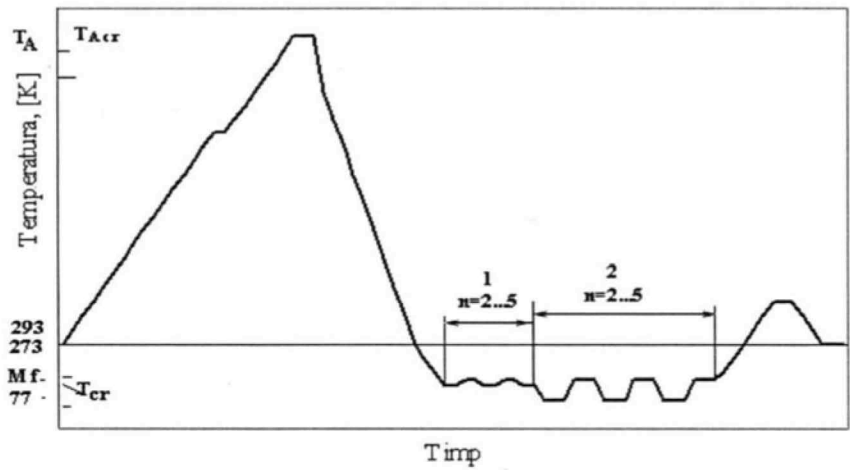


Fig. 3

