

CARACTERIZACION DE DEFECTOS SUPERFICIALES DE LA ALEACIÓN COMERCIAL DE ALUMINIO 3003 (Al-Mn) LUEGO DE LAMINADA EN CALIENTE Y EN FRÍO

M. Matta-Zaibak ^{a*}, S. Paredes-Dugarte ^b, B. Hidalgo-Prada ^b

^aCentro de Investigación de Materiales “Dr. Mokka Rao”, Universidad Nacional Experimental de Guayana, Puerto Ordaz-Bolívar, Venezuela.

^bInstituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas “Dra. Susan Tai”, Universidad de Oriente, Cumaná-Sucre, Venezuela.

*Autor de correspondencia, e-mail: mmatta@uneg.edu.ve, Tlf: +58 414 8749302. Fax: 0286 9616441

Recibido: Octubre 2012. Aprobado: Agosto 2013.

Publicado: Noviembre 2013.

RESUMEN

La aleación de aluminio 3003 (Al-Mn) fabricada en la empresa Aluminio del Caroní, S.A., (CVG-ALCASA-VENEZUELA), se obtiene por colada semicontinua, seguida de un tratamiento de homogeneización. El producto homogeneizado es sometido luego a procesos de laminado en caliente y frío que además de producir deformación, también inducen fragmentación de las partículas constituyentes o intermetálicos, así como la formación de grietas y huecos entre otros defectos, algunos de los cuales pueden encontrarse en la superficie del material laminado e influir apreciablemente en las propiedades físico-químicas de la película de óxido (Al₂O₃) que recubre el material, especialmente en el comportamiento a la corrosión y el acabado superficial. El objetivo de este trabajo consistió en inspeccionar por microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB), la superficie de la aleación 3003 de muestras seleccionadas de láminas de un grupo de 4 bobinas durante las etapas de su fabricación: a) después del último pase de laminación en caliente, b) a la salida del primer paso del laminador en frío y, c) a la salida del laminador en frío luego de una segunda reducción posterior a un tratamiento térmico de recocido a 420 °C durante cuatro horas. De las láminas recolectadas se cortaron probetas para realizar los análisis por MO, MEB y microanálisis de rayos – x por dispersión de energía (EDS). Los resultados evidencian la presencia de excoriaciones, inclusiones, microcavidades, algunas con longitudes > 50 µm y aglomeración de partículas de segunda fase que presentan fractura, además de residuos del aceite de laminación.

Palabras clave: MO, MEB, EDS, microcavidades, intermetálicos.

CHARACTERIZATION OF SURFACE DEFECTS IN A HOT AND COLD ROLLED COMMERCIAL ALUMINUM ALLOY 3003 (Al-Mn)

ABSTRACT

The commercial aluminum alloy 3003 (Al-Mn) made by the Aluminum Company of Caroni, S.A., (CVG-ALCASA-VENEZUELA), is obtained by semi-continuous casting, followed by a homogenization treatment. The homogenized ingot is then subjected to a hot rolling process up to thickness of 4.5 mm. It is then cold rolled to the desired temper. The hot and cold deformation processes induce several forms of surface micro defects such as fragmentation of intermetallic constituent particles, the formation of micro cracks, micro gaps and micro cavities, as well as the presence of tearing associated with hard second phase particles. These mechanical induced surface defects have an appreciable influence on the physicochemical properties of the oxide (Al₂O₃) coating material, particularly in the corrosion behavior and surface finish. This work was aimed to characterize by light microscopy (LM), scanning electron microscopy (SEM) and x-ray dispersive energy spectroscopy (EDS), the surface of the 3003 alloy sheet samples taken from a group of four coils during the manufacturing stages: a) after the last hot rolling pass, b) the output of the first cold rolling step, and c) at the end of the second cold rolling reduction after an annealing heat treatment at 420 °C during four hours. The results suggest the presence of excoriations, abrasions, inclusions, micro cavities, some with lengths > 50 µm and agglomeration of particles having fractured second phase, in addition to rolling oil residues.

Keywords: LM, SEM, EDS, microcavities, intermetallics.

INTRODUCCIÓN

El estudio de la química de superficies en los materiales es un importante método para determinar muchas propiedades de los metales, siendo que las últimas capas atómicas de un sólido constituyen su interface con el medio ambiente. La fricción, dureza, fatiga, corrosión, características de lubricación y desgaste, adhesión, catálisis, difusión superficial, crecimiento de cristal, características de emisión termoiónica, son algunas propiedades que pueden ser influenciadas por las alteraciones de la química superficial. [1]

La aleación de aluminio 3003 (Al-Mn) es utilizada comúnmente en trabajos con láminas metálicas, así como en la manufactura de utensilios de cocina, recipientes a presión, elementos para construcción, bandejas para cubos de hielo, puertas para garajes, arcos para toldos, paneles para refrigeradores, líneas de gas, tanques de gasolina, intercambiadores de calor, piezas conformadas, y tanques de almacenamiento, entre otros. [2, 3]

El aluminio por su gran afinidad química con el oxígeno, forma espontáneamente al aire una capa de óxido (Al_2O_3) fina, impermeable, resistente y muy adherente al metal, pero siendo su espesor menos de una centésima de micrón no le garantiza una suficiente resistencia a la corrosión en ambientes agresivos al aluminio.

La aleación de aluminio 3003 que se fabrica en la empresa Aluminios del Caroní, S.A., (CVG-ALCASA-VENEZUELA), se obtiene por dos procesos: colada semicontinua y colada continua. Durante la colada, por efecto del proceso de enfriamiento se forman diversos tipos de segregaciones incluyendo la presencia de intermetálicos, β -(Al-Fe-Mn) y α -(Al-Fe-Mn)Si ricos en Fe. Después de la colada se realiza un proceso de homogeneización para disolver y/o transformar estas partículas de segunda fase y producir una estructura homogénea de granos y nuevos intermetálicos, lo cual resulta en mayor ductilidad y mejores propiedades del material para el laminado en caliente. [4, 5]

Durante los procesos de laminado en caliente y en frío, se induce la formación de defectos en la superficie, algunos asociados al proceso de deformación interno, otros resultantes de la interacción mecánica entre el material y los rodillos de trabajo del tren de laminación [6] que también inducen fragmentación de las partículas constituyentes o intermetálicos, formación de grietas y huecos, entre otros. [7]

Algunos defectos superficiales pueden influir apreciablemente en las propiedades físico-químicas de la película de óxido (Al_2O_3) que recubre la superficie del material, debido a la presencia de cantidades significativas de Fe y Si como impurezas constitutivas formando partículas intermetálicas, lo cual la hace susceptible a la corrosión en algunos ambientes. En contraste, ciertos elementos como el manganeso refuerzan la resistencia de la aleación a los medios corrosivos dependiendo de la relación Fe/Mn. [8]

La Aleación 3003 se fabrica mediante la adición de 1,2% Mn a las aleaciones 1050 o 1100. El manganeso está presente en la solución sólida de aluminio y segregado en partículas submicroscópicas de segunda fase.

Durante la deformación en caliente se obtienen láminas entre 6,00 y 4,50 mm de espesor, mientras que durante la laminación en frío estos espesores se reducen hasta 0,18 mm. Ambos procesos de laminación modifican tanto la estructura original de granos como la subestructura de defectos lineales (dislocaciones) e inducen la aparición de los defectos superficiales macro y microscópicos.

El objetivo de este trabajo consistió en caracterizar los defectos presentes en la capa de óxido de aluminio desde el último pase de laminación en caliente y dos etapas en laminación en frío, incluyendo la etapa subsiguiente al recocido.

MATERIALES Y MÉTODOS

La aleación de aluminio AA3003 utilizada en éste trabajo fue suministrada por la empresa venezolana C.V.G.

Aluminios del Caroní S.A. (ALCASA), cuya composición química se presenta en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición química de la aleación AA3003.

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr
% en peso					
0,179	0,647	0,128	1,11	0,005	0,001
Ni	Zn	Ti	B	Pb	Al
% en peso					
0,002	0,002	0,009	0,001	0,001	Balance

Para realizar la evaluación de la superficie del material obtenido por deformación en caliente y en frío se escogió un grupo de 4 bobinas en el sector de laminación en caliente a las que se hizo seguimiento y muestreo. Se seleccionaron láminas de las bobinas trabajadas en caliente y luego de dos pases de laminación en frío, uno antes y otro después de un proceso intermedio de recocido que se imparte a una temperatura de 420°C durante 4 horas. En cada uno de estos pases se redujo el porcentaje de espesor un 33% con respecto al espesor de entrada. Las láminas trabajadas en caliente (LC) presentaron un espesor de 4,50 mm, mientras que las correspondientes a la primera reducción (antes del recocido) un espesor de 3,00 mm (LF1), y las láminas después del proceso de recocido un espesor de 2,0 mm (LF2).

De las láminas seleccionadas se cortaron probetas de 1 cm² de área en distintos sectores de las mismas para su caracterización. Los análisis se realizaron a las probetas en condición de recibida de planta y sin ningún tipo de preparación previa, utilizando los microscopios electrónicos de barrido MEB-Hitachi S-2400 y MEB Hitachi SFE-800, para analizar los defectos u otro tipo de componentes que se encuentren presentes en la superficie del material debido a los procesos de laminación. Adicionalmente se realizó un análisis químico semicuantitativo utilizando los espectrómetros por dispersión de energía (EDS), marca Thermo Noran acoplados a éstos microscopios. Además, se realizó

microscopía óptica (MO) de varios campos de las láminas cortadas utilizando un analizador de imágenes marca CLEMEX-Vision PE 4.0.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Microscopía óptica

Las micrografías obtenidas por microscopía óptica a una magnificación de 200x y 500x de las superficies de las láminas seleccionadas en las etapas de laminación, se muestran en las Fig. 1, Fig. 2 y Fig. 3. La inspección realizada en las superficies de las láminas de las cuatro bobinas seleccionadas en el sector de laminación en caliente, Fig. 1, reveló a lo largo de la superficie analizada, una matriz gruesa compuesta de abrasiones (A) (Fig. 1.a), o desprendimiento superficial del material, así como de excoriaciones (Ex) (Fig. 1.b) a lo largo de la dirección de laminación o zonas desgastadas por fricción debidas posiblemente a la relación deformación/temperatura empleada durante este proceso, el cual consiste en la reducción de un lingote de 457 mm de espesor hasta una lámina de espesor de 4,5 mm, a temperaturas entre la temperatura de homogeneización (530°C) y la temperatura a la que sale la lámina (300°C) con un equivalente a un porcentaje de reducción de un 99,9%. Las Fig. 1c y 1d ilustran la presencia de microcavidades (μ C) debidas al arrastre de partículas fuera de la matriz del material, de diferentes morfologías y tamaños; algunos de ellos de longitudes mayores de 100 μ m que además forman colonias (Fig. 1.e). En la Fig. 1.f, se observan lo que parecen ser incrustaciones (In) debido a la presencia de partículas externas provenientes de la mezcla utilizada para la lubricación durante la laminación. Se aprecia además, una mancha (M) que podría atribuirse a los fluidos hidráulicos y de Morgoil utilizados en el tren de laminación y que tienen alta resistencia a la temperatura. En la Fig. 1.g, se evidencia la presencia de microgrietas (μ G) transversales y longitudinales a la dirección de laminación, ocasionadas probablemente por fragilización de la capa protectora de

Al_3O_2 como consecuencia de la alta temperatura del proceso de laminación y otras por desgarrar, debido al arrastre de lo que pudieran ser virutas (Vi) del mismo material, Fig. 1h.

En el caso de las muestras tomadas en las etapas del proceso de deformación en frío, Fig. 2 y Fig. 3, la superficie se presenta menos áspera, con una significativa disminución de la población de escoriaciones, sugiriendo un proceso de restauración de la capa superficial durante la laminación en frío, debido posiblemente al gradiente de deformación aplicado que contribuye a suavizar los defectos menos profundos.

En la secuencia de micrografías metalográficas presentadas en la Fig. 2 se observan bien definidas las huellas o surcos producto del comportamiento del material a la deformación aplicada.[9] Igualmente, se aprecian microcavidades de aproximadamente 150 micras de longitud (Fig. 2.(a, c)); desgarramiento (D) de la superficie posiblemente por efecto de la interacción entre la superficie de la lámina y el rodillo (Figura 2.b), marcas patas de gallo (Pg) en la Figura 2.d, zonas con acumulación de pliegues probablemente debido al deslizamiento de la superficie respecto a los rodillos de trabajo durante el laminado (Fig. 1.e). En la Fig. 2.f se observa una zona de desgarramiento profundo la cual pudiera estar asociada con el arrastre producido por la presencia de partículas de segunda fase ($P_{\beta,\alpha}$) señaladas en la micrografía. Se observa en la Fig. 2.g y en la mayoría de las micrografías de la Fig. 2 microestrías (μE) con acumulación de material en surcos diferenciales orientadas en la dirección de laminación y en la Fig. 2.h se observa una inclusión (Is) señalada con una flecha.

Luego de un segundo pase de laminación en frío con un previo tratamiento de recocido se aprecia una disminución significativa de los defectos superficiales descritos en las anteriores figuras. Esto es particularmente evidente en la disminución de la profundidad de las estrías y desgarramientos menos profundos, debido a que el tratamiento térmico de

recocido disminuye la dureza de la aleación ofreciendo menos resistencia a la interacción rodillo/superficie. Además, se observan cavidades con pliegues internos (Pli) que pueden resultar del arrastre de material que tiene lugar durante el proceso de laminación a través del defecto (Fig. 3.a). En la Fig. 3.d se aprecia una inclusión que muestra una superficie aplanada con estrías formando casi 45° con la dirección de laminación.

Microscopia electrónica de barrido

La MEB permitió realizar un análisis más riguroso de la superficie de las probetas seleccionadas como se ilustra en la secuencia de micrografías de las Fig. 4-6, donde se muestran detalles de los defectos que aparecen sobre las láminas, destacando la mayor resolución y profundidad de campo de esta técnica.

En la superficie de la lámina luego del proceso de laminación en caliente se observaron: (i) abrasiones localizadas que pudieran ser ocasionadas por la acción combinada de la fricción y la temperatura en los diferentes pases del proceso de deformación en caliente, semejando formas de gruesas nervaduras además de microcavidades (Figura 4(a-b)), las cuales se asocian con partículas de segunda fase, (ii) una microgrieta con apariencia zigzagueante en dirección perpendicular al laminado, debido a su posible asociación con fragilización a lo largo de los bordes de grano por la presencia de segregaciones embebidas en la superficie de separación (Fig. 4.c), (iii) microcavidades con longitudes $\geq 25 \mu m$ con superficies internas irregular (Fig. 4.d), (iv) excoriaciones en la dirección de laminación (Fig. 4.e) y (v) zonas blanquecinas con pliegues irregulares sobre el óxido superficial los cuales pudieran ser causados por esfuerzo diferencial localizado durante la deformación (Fig. 4.f).

En la Fig. 5.a se muestran bandas oscuras asociadas a la presencia de los aceites utilizados en la laminación, lo cual se corrobora en el espectrograma de dispersión de energía (EDS) realizado a 25 kV, ver Fig. 5.f.

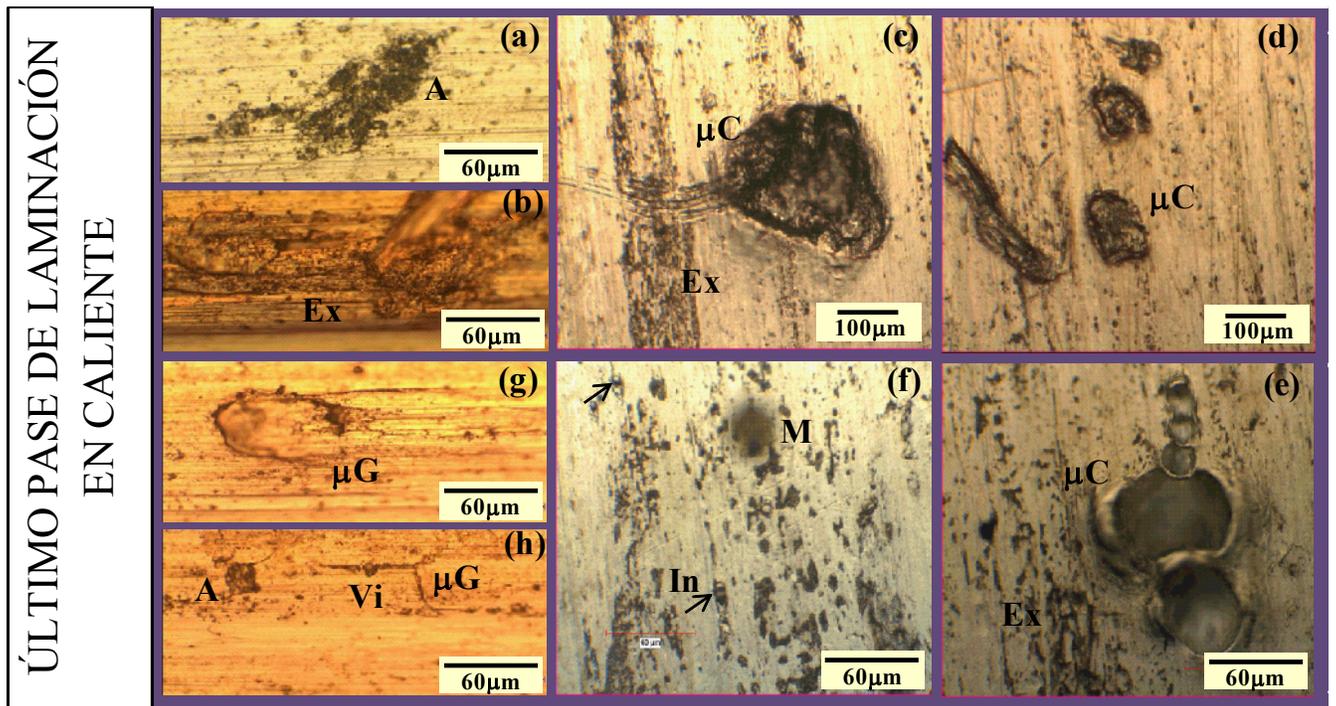


Fig. 1 .Micrografías ópticas de probetas de láminas de AA3003 en el sector de laminación en caliente.

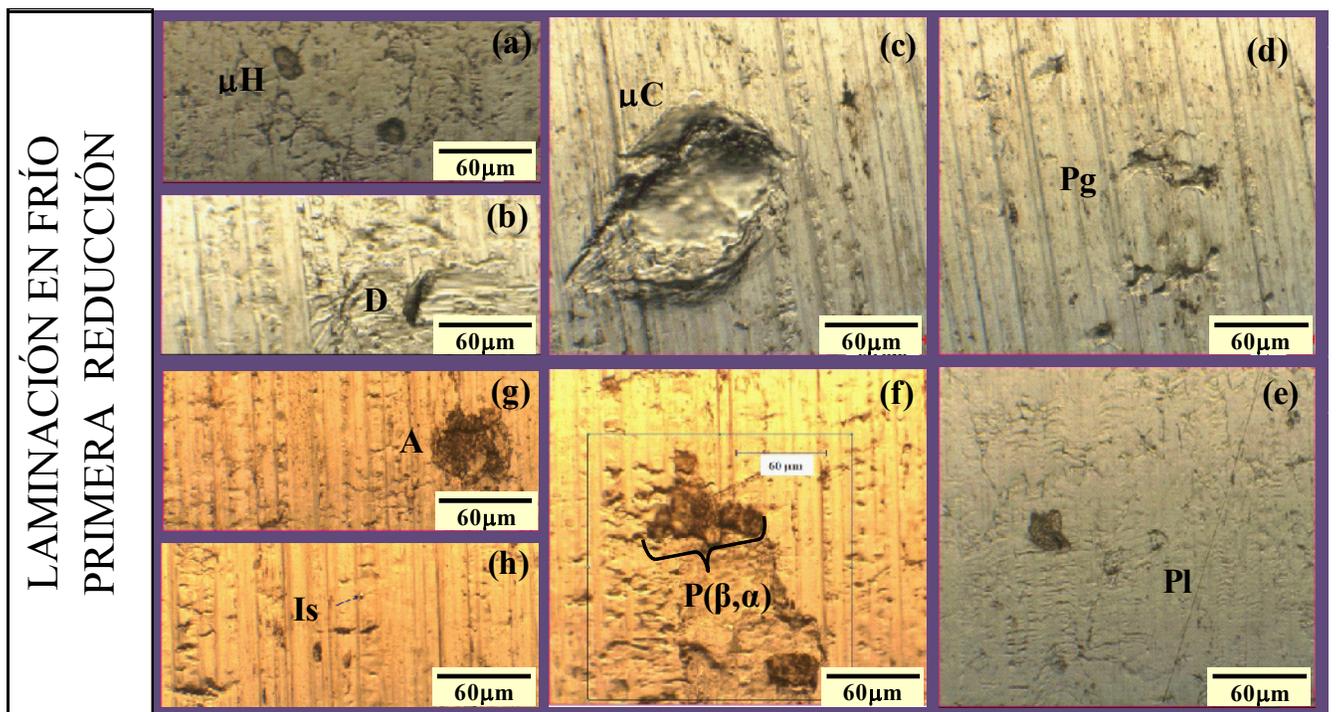


Fig. 2. Micrografías ópticas de probetas de láminas de AA3003 en el sector de laminación en frío, primer pase.

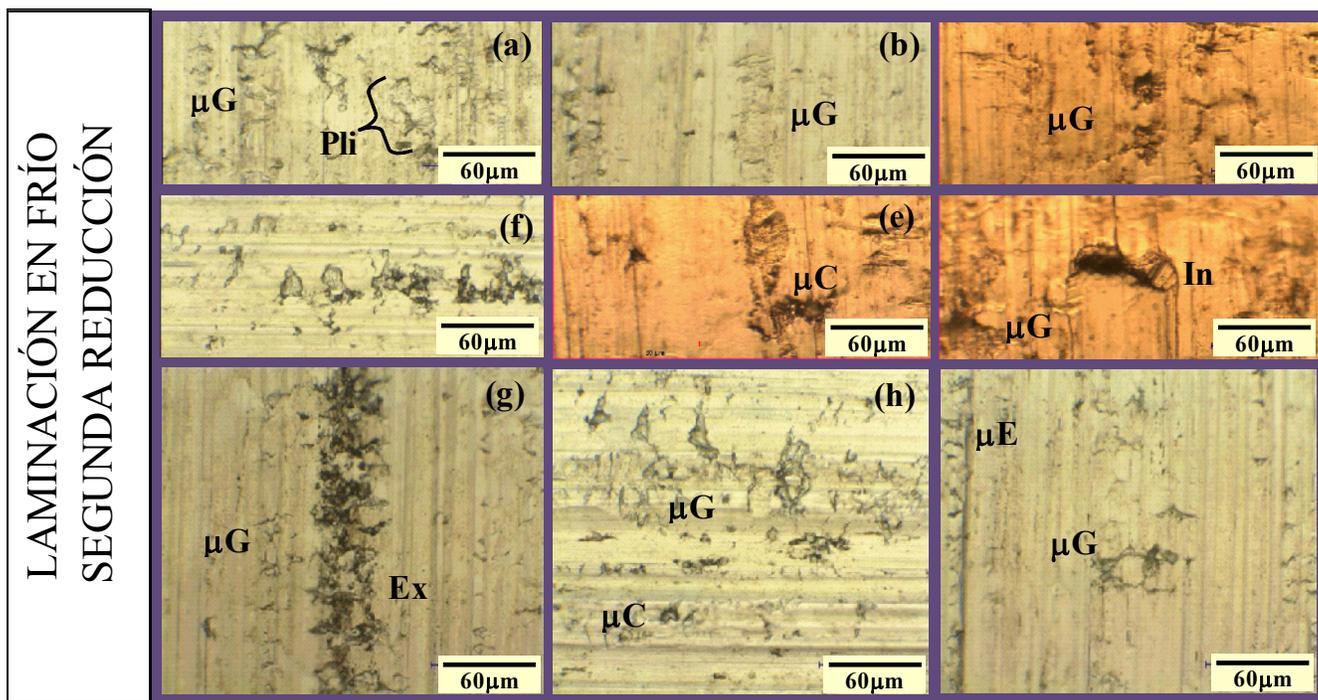


Fig. 3. Micrografías ópticas de probetas de láminas de AA3003 en el sector de laminación en frío, segundo pase.

En cuanto a los daños superficiales asociados a la primera reducción de laminación en frío, en la Fig. 5.b, se observan una serie de microgrietas paralelas, algunas con longitudes $\geq 15 \mu\text{m}$, que a su vez son perpendiculares a la dirección de laminación, las cuales parecen estar asociadas con el arrastre de partículas de segunda fase. En este caso, la interacción partícula/matriz bajo la acción del laminado produce desgarramiento y grietas, tal como se ilustra en la Fig. 5.c, que es un detalle ampliado de la Fig. 5.b. Además, se aprecian estrías como surcos e intermetálicos de tamaños entre 1 y 10 micras, embebidos en la capa de óxido que recubre la superficie del material (Fig. 5.d), que por efecto mecánico se alinean en la dirección de laminación y algunos de los cuales presentan fracturas, lo cual sugiere que las partículas de segunda fase participan en el agrietamiento de la capa protectora (Al_2O_3) y ofrecen resistencia a la deformación como se observa en la Fig. 5.e, que además muestra, que en menor proporción, se encontraron intermetálicos de tamaños del orden de las 20 micras.

Luego del segundo pase en laminación en frío, la matriz muestra un aspecto más homogéneo asociado a la acción combinada del recocido y a la laminación que mejora el acabado superficial (Fig. 6.a). En la Fig. 6.b se muestra el efecto por las partículas de segunda fase tipo β (alargada) favorecedora del agrietamiento superficial. Se detalla en la Fig. 6.c la morfología de las grietas superficiales producidas durante la laminación en frío, apreciándose la presencia de partículas intermetálicas $< 1 \mu\text{m}$ en el fondo de la grieta y el efecto de la deformación diferencial en el fondo de la grieta.

Se observa en las micrografías correspondientes a la superficie de probetas del segundo pase de laminación en frío, Fig. 6 (b, c) pequeñas inclusiones blanquecinas asociadas con fragmentos de óxido de aluminio, resultado de la continua fractura y rompimiento de la capa protectora durante la laminación. [8]

En la Fig. 6.d, se observa la fractura de la capa protectora por arrastre de una partícula $> 3 \mu\text{m}$, mostrada en la Fig 6.e. El microanálisis químico por EDS de la Fig 6.g

realizado a 15 kV, muestra que la misma tiene elementos químicos constituyentes de un intermetálico.

La Fig. 6.d corrobora la existencia de microgrietas paralelas perpendiculares a la dirección de laminación asociadas a partículas de segunda fase. En este caso, el efecto que produce del deslizamiento de estas partículas sobre la superficie del material bajo la acción del proceso

de laminación se ilustra en la Fig. 6.(e, f), donde se aprecia la presencia de intermetálicos y su interacción con la superficie asociadas a la formación de grietas. En la Fig. 6.g se presenta el espectrograma EDS correspondiente a la partícula que se muestra en la Fig. 6.f, indicando que se trata de un intermetálico alargado del tipo β (Al-Fe-Mn).

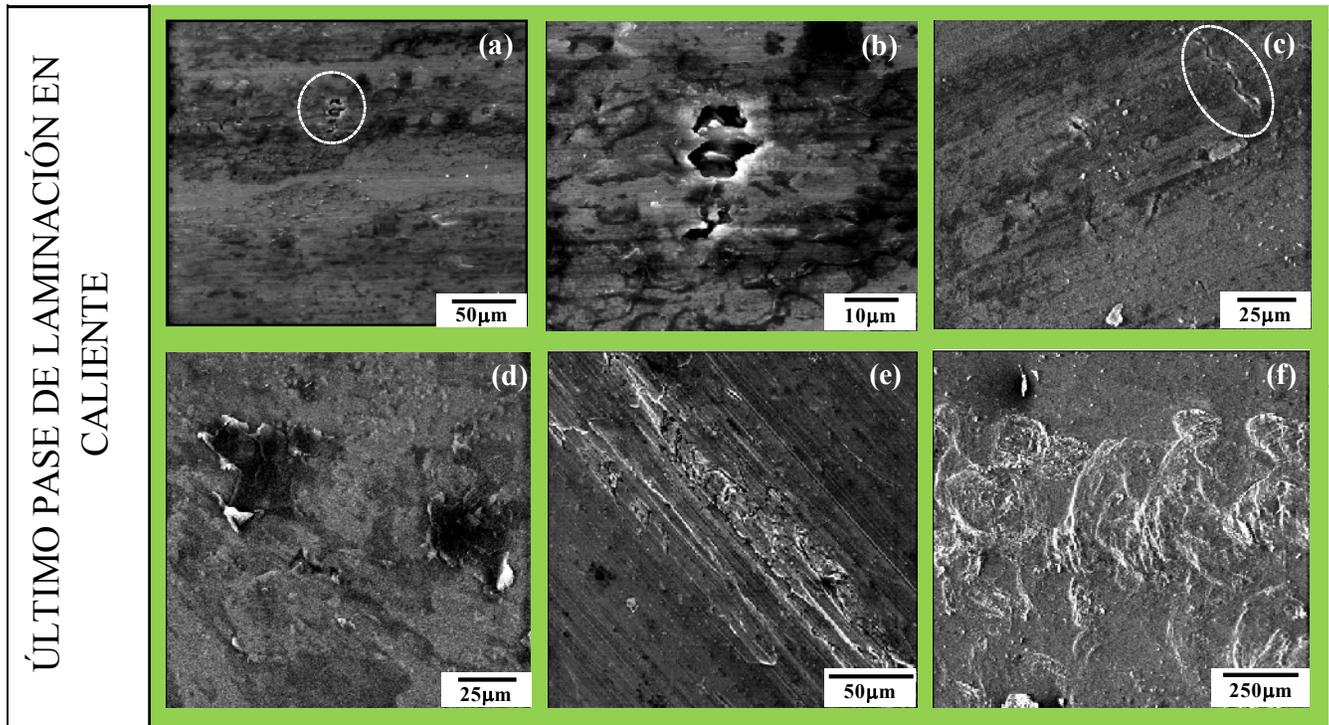


Fig. 4. (a-f) Micrografías por MEB de la superficie de la aleación AA3003 laminadas en caliente.

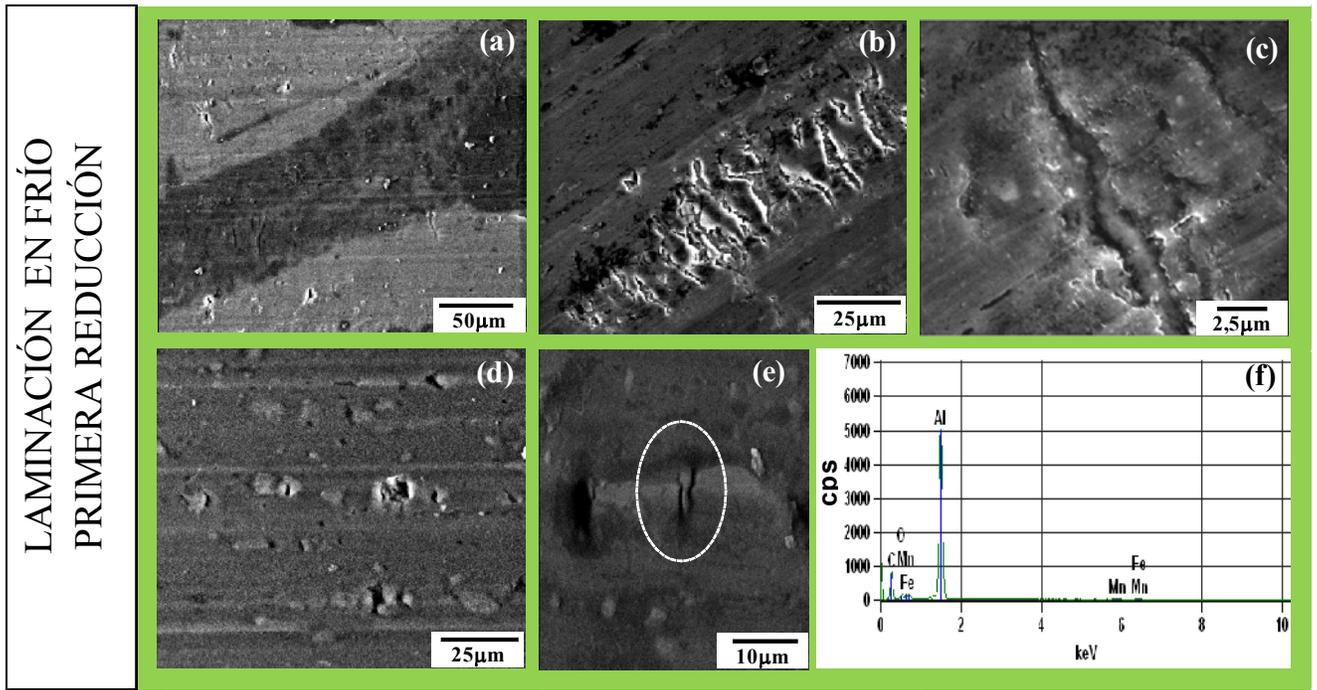


Fig. 5. (a-e) Micrografías de la superficie de la aleación AA3003 primera reducción en frío, (f) Análisis de EDS de la región mostrada en (e).

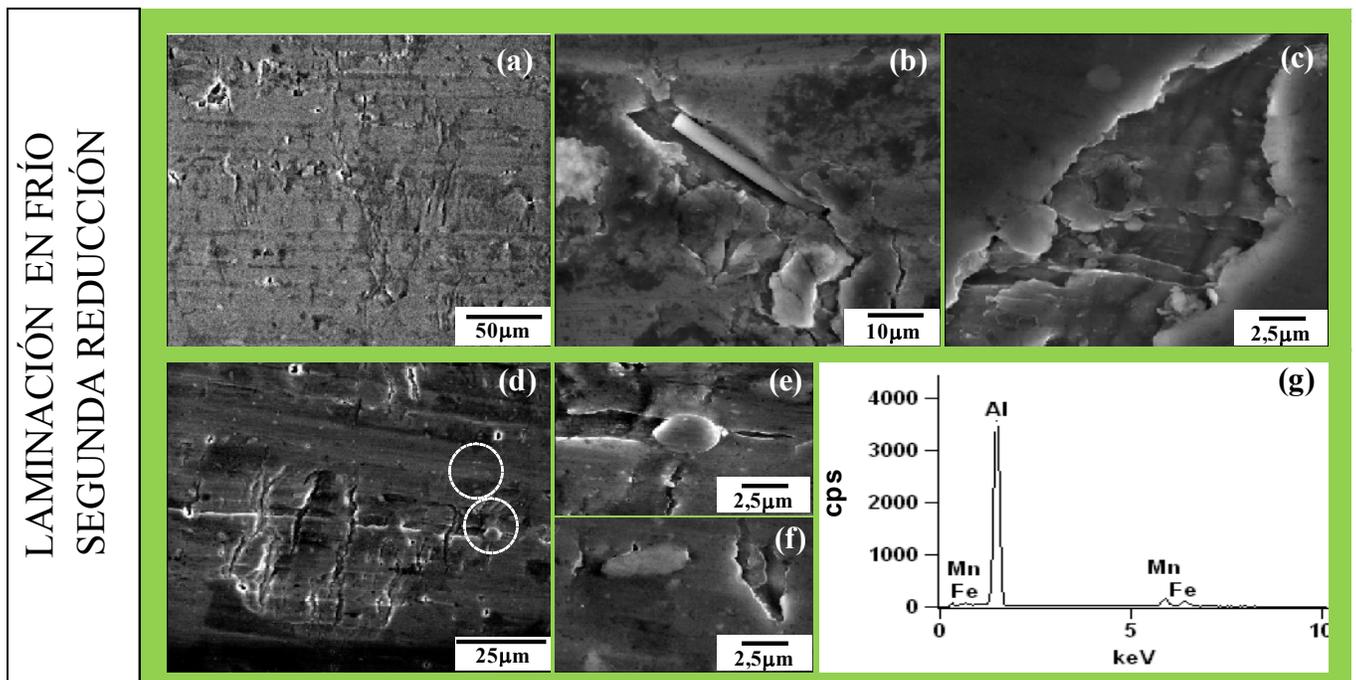


Fig. 6. (a-f) Micrografías de la superficie de la aleación AA3003, segunda reducción en frío, (g) Análisis de EDS de la partícula mostrada en (e).

CONCLUSIONES

La caracterización de los defectos superficiales de las muestras seleccionadas de varias láminas de la AA3003 tras el último pase de laminación en caliente, y posteriores deformaciones en frío, propias del proceso industrial de fabricación, permite concluir que:

- Los principales defectos observados están asociados con daños mecánicos, tales como desgarramientos, formación de microcavidades, excoriaciones, la presencia de microestrías y bandas en la dirección de laminación, así como microgrietas algunas de las cuales se observan asociadas a partículas de segunda fase.
- Las observaciones por MO evidencian una disminución de la población de excoriaciones, lo que sugiere un proceso de restauración de la superficie a partir de la etapa de LF1 y a medida que se incrementa la reducción en LF2.
- El análisis por EDS y la observación de las morfologías evidencian la presencia de partículas $\alpha(\text{Al-Fe-Mn})\text{Si}$ y $\beta(\text{Al-Fe-Mn})$ asociadas a la capa de óxido y a los daños superficiales.
- El arrastre de las partículas intermetálicas observadas parece inducir el agrietamiento superficial durante la laminación en frío.

AGRADECIMIENTOS

Los autores deseamos destacar el valioso apoyo técnico del Ingeniero Roger González, de todo el personal que labora en el área de Laminación y en el Laboratorio Analítico de la empresa C.V.G. ALCASA para la realización de este trabajo.

REFERENCIAS

[1] F. Rosei and R. Rosei (2002) "Atomic Description of Elementary Surface Processes: Diffusion and Dynamics" *Surface Science* 500, 395-413.

- [2] E.H. Hollingsworth and H.Y. Hunsicker (1987) *Metals Handbook*, Ninth Edition, Volume 13. Corrosion, ASM International, Metals Park., 583-609.
- [3] L.F. Mondolfo (1977) In: Bros P, Lane MC (eds) "Manganese in Aluminum Alloys" The Manganese Centre, Nevilly sur Seine, pp. 118.
- [4] D.T.L. Alexander, and A.L. Greer (2002) "Solid-State Intermetallic Phase Transformations in xxx Aluminium Alloys" *Acta Materialia*, **50**, 2571-2583.
- [5] M. Dehmasa, P. Weisbecker, G. Geandier, P. Archambault and E. Aeby-Gautier (2005) "Experimental Study of Phase Transformation in 3003 Aluminium Alloys During Heating by in situ High Energy X-Ray Synchrotron Radiation" *Journal of Alloys and Compounds* **400**: 116-124.
- [6] S. Chong, R. González y G. Bompert (2005). *Manual de defectos de laminación en caliente y frío*. C.V.G. Alcasa.
- [7] E.V. Koroleva, G.E. Thompson, G. Hollrigl, M. Bloeck (1999) "Surface Morphological Changes of Aluminium Alloys in Alkaline Solution: Effect of Second Phase Material" *Corrosion Science* (41) 1475-1495.
- [8] S. Paredes-Dugarte, B. Hidalgo-Prada, R. Ávila-Godoy, M. Briceño-Valero (2007) "Estudio de la Corrosión por picadura de la Aleación Comercial de Aluminio AA 3003 en Medio Ambiente Salino" *Revista Técnica de Ingeniería de la Universidad del Zulia* (30) edición especial; 168-177.
- [9] L. Gjønnes and B. Andersson (1998) "Mechanisms of Surface Deformation During Cold Rolling of Aluminium" *Journal of Materials Science* **33** 2469-2476.