

ESTUDIO SOBRE RECRISTALIZACIÓN INCOMPLETA EN HOJALATA¹

Wadi Chiapparoli²
Daniela Cavaleri²
Efrain Ubici³
Jorge Moriconi³
Martin Segalis³
Hector Rissone³
Elena Brandaleze⁴

Resumen

El presente trabajo se desarrolla con el objetivo de prevenir y minimizar el problema de recristalización incompleta, que podría ser causal de inconvenientes en el conformado de productos de hojalata en los clientes. Se analizan muestras de hojalata que se aplican a la fabricación de envases y se realizan ensayos de simulación de distintos ciclos de recocido en un horno de laboratorio con atmósfera inerte y control de temperatura sobre chapa laminada en frío para hojalata. Se determinan sobre las muestras tratadas, durezas Rockwell 30T, ensayos de tracción, ensayos para evaluar la susceptibilidad al envejecimiento y metalografías para analizar la microestructura resultante de cada ciclo. Luego con esta base, se realizan ajustes de un modelo teórico para el cálculo de la fracción precipitada y recristalizada, en base a las variables intervinientes en el proceso. Del estudio realizado, se concluye determinando un ciclo de recocido como el más robusto, apuntando a minimizar los riesgos de recristalización incompleta, sobre todo teniendo en cuenta las probables variaciones de proceso. Los resultados de la investigación motivaron a implementar un cambio de ciclo de recocido para la hojalata, pasando de un ciclo de 580 a 600°C de temperatura de igualación. Hasta el momento no se han detectado nuevos casos de recristalización incompleta.

Palabras clave: Hojalata; Recristalización incompleta; Ciclo de recocido.

STUDY OF INCOMPLETE RECRYSTALLIZATION IN TINPLATE

Abstract

The present study is developed with the aim of preventing and minimizing incomplete recrystallization, which could be the cause of some problems during tinfoil forming. Tinfoil samples for packages, with a possible of incomplete recrystallization are analyzed. Simulation tests of various annealing cycles are made in a laboratory furnace with inert gas atmosphere and temperature control, on cold rolled samples for tinfoil. The treated samples are submitted to hardness Rockwell 30T determination, tensile tests, tests for susceptibility aging and metalographies to characterize the microstructure obtained after each cycle. Taking into account this information, adjustments are carried out in a theoretical model to calculate the precipitated and recrystallized fraction. The outcome indicated a determination of a more robust annealing cycle more robust, aiming to minimize the risk of incomplete recrystallization, mainly considering the probable variations in the process. The results of the investigation motivated to implement a change in the annealing cycle for tinfoil, from 580 to 600°C in soaking temperature. Thus far new cases of incomplete recrystallization have not been detected.

Key words: Tinplate; Incomplete recrystallization; Annealing cycle.

¹ Trabajo a ser presentado en el 45° Seminario de Laminación – Procesos, Productos Laminados y Revestidos, 21 al 24 de octubre de 2008, Ipojuca - Porto de Gainhas - PE

² Instituto Argentino de Siderurgia, Av. Central y 19 Oeste, 2900 San Nicolás, Bs. As., Argentina.

³ Ternium Siderar; Centro Siderúrgico General Savio, CC 801 San Nicolás.

⁴ UTN – FRSN - Colón 332, 2900 San Nicolás, Bs. As., Argentina.

1 INTRODUCCION

En el presente trabajo se presenta un estudio realizado en conjunto entre la empresa Ternium y el Instituto Argentino de Siderurgia. El mismo apunta a encontrar el ciclo de recocido más robusto en busca de minimizar los riesgos de recristalización incompleta en hojalata, teniendo en cuenta las probables variaciones de proceso.

Para ello se estudian muestras de hojalata que se aplican a la fabricación de envases que podrían provocar inconvenientes en el proceso de soldadura por posible problema de recristalización incompleta. Además se realizan ensayos de simulación de distintos ciclos de recocido en un horno de laboratorio sobre chapa laminada en frío, para luego mediante análisis químico, durezas, ensayos de tracción, ensayos para evaluar la susceptibilidad al envejecimiento y metalografías, determinar la incidencia de distintas variables de recocido en la microestructura y propiedades mecánicas obtenidas en la chapa. Se plantea también un modelo para el cálculo teórico de la fracción precipitada y recristalizada, en base a las variables intervinientes.^[1,2]

2 OPERACIÓN DEL RECOCIDO EN PLANTA

El proceso de recocido de la hojalata en Ternium Siderar consiste en recocido en caja o Batch, utilizando gases de tipo:

- HPH: High Purity Hydrogen, contenido de H₂ ≥ 99,9%, en bases Ebner.
- HNX: Hidrógeno – Nitrógeno en proporción 7/93%.

La producción anual de Hojalata en el Recocido es de aproximadamente 170 MTn/año, para el total de los 5 grados de Temple producidos actualmente (T1 a T5, correspondientes a la norma MERCOSUR NM 42 del año 2001) y en anchos nominales entre 700 y 915 mm.

La mayor capacidad de transferencia de calor del hidrógeno implica que el proceso con gas HPH permita obtener gran uniformidad térmica en toda la carga, y más alta productividad que para HNX debido a una mayor velocidad de calentamiento. Estas razones motivan a priorizar la utilización del proceso HPH para la producción de hojalata, siendo actualmente aproximadamente el 97% procesado en bases Ebner.

Las cargas son organizadas de 4 o 5 bobinas en alto, dependiendo del ancho de la bobina, de manera de optimizar la altura de la carga.

3 METODOLOGIA Y ENSAYOS

Se trabaja primeramente sobre ensayos de caracterización de una hojalata y luego realizando tratamientos en laboratorio sobre chapas laminadas en frío para simular los ciclos de recocido.

Para el estudio de caracterización, la muestra es de hojalata barnizada de acero bajo carbono tipo T3, de espesor 0,22 mm (Figura 1 izquierda).

Sobre esta muestra se determina composición química por espectrometría de emisión óptica (el contenido de C, S y N₂ se determina por combustometría). Se determinan durezas Rockwell 30T, se realizan ensayos de tracción a 0 y 90° y se prepararon cortes metalográficos longitudinales y transversales en distintas zonas de las muestras para su observación en microscopio óptico.

Para los ensayos de laboratorio de simulación del recocido, se utilizaron muestras de chapas laminadas en frío para hojalata T3 de 0,24 mm de espesor, acero bajo

carbono (Figura 1 derecha). Esta muestra posee temperatura de bobinado del orden de los 630°C. Las mismas fueron obtenidas a 1300 mm de la cabeza de la bobina.

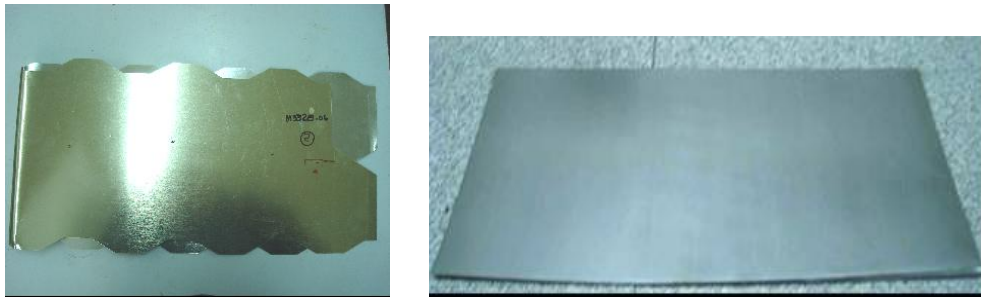


Figura 1. Izquierda: muestra de hojalata estudiada inicialmente. Derecha: muestra de chapa laminada en frío utilizada para simulación del recocido en horno de laboratorio.

Se realizan ensayos simulando diferentes ciclos en un horno con control automático de temperatura, inertizando la atmósfera con gas nitrógeno (Figura 2). Se procede a calentar la cámara y al alcanzar la misma los 500°C, se trabaja con una rampa de 22°C/hora, hasta cada una de las temperaturas de ensayo. Luego de alcanzada la temperatura de ensayo, se mantiene esta temperatura según corresponda 1 ó 2 horas (ver tabla 1). Se apaga el horno y se deja enfriar hasta temperatura ambiente para retirar las muestras.

En la Tabla 1 se detallan las condiciones de los ensayos y la identificación de las muestras utilizadas.



Figura 2. Horno montado para la realización de simulaciones de diferentes ciclos.

Tabla 1. Identificación de las muestras y condiciones de los ensayos de recocido.

Identificación muestra	Temperatura de recocido	Tiempo de mantenimiento a temperatura de ensayo
Sin TT	Chapa laminada en frío antes del tratamiento térmico en laboratorio	
----	540°C	----
540-2		2 horas
560-1	560°C	1 hora
560-2		2 horas
580-1	580°C	1 hora
580-2		2 horas
600-1	600°C	1 hora
600-2		2 horas

Además se emplea un modelo que describe la cinética de precipitación de AlN, la recuperación y recristalización de un acero calmado al aluminio de bajo carbono

durante el recocido isotérmico. El modelo describe la evolución de la microestructura de un acero laminado en frío de acuerdo a su composición química y a las condiciones en las distintas etapas del proceso.⁽³⁾ La precipitación de AlN no sólo afecta las componentes de textura que aparecen en el acero tras el recocido, sino que incide además en la cinética de recristalización.^(4,5)

4 RESULTADOS Y DISCUSION

4.1 Ensayos Iniciales en Muestras de Hojalata

4.1.1 Composición química

Se realiza el análisis químico por espectrometría de emisión óptica. El contenido de carbono, azufre y nitrógeno se determinó por combustometría (Tabla 2).

Tabla 2. Análisis químico de la muestra de hojalata por espectrometría de emisión óptica. (C, S y N por combustometría).

C (%)	Mn (%)	Si (%)	P (%)	S (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo(%)
0,08	0,38	0,02	0,01	0,015	0,014	0,014	0,005
V (%)	Cu (%)	Nb (%)	Ti (%)	Sn (%)	As (%)	Al (%)	*N ₂ (ppm)
0,004	0,022	0,005	0,001	0,006	0,016	0,043	65

Los resultados del análisis químico concuerdan con la especificación de acería para este grado de acero.

4.1.2 Dureza Rockwell 30T

Se realizaron 36 determinaciones de dureza Rockwell 30T en distintas zonas de la muestra. El promedio de durezas de todas las mediciones es de 64,8 HR. Este valor es más elevado que el que debería poseer este tipo de material (aproximadamente 53 a 61 HR30T según norma ASTM A265-T3).

Ensayos de tracción

Se realizaron ensayos de tracción con probetas extraídas a 0° y 90° (Tabla 3). La relación de tensión de fluencia sobre tensión máxima es elevada para este tipo de producto.

Tabla 3. Tensión de fluencia y tensión máxima promedios para probetas extraídas en sentido paralelo (0°) y perpendicular (90°) a la dirección de laminación.

Sentido de extracción de la probeta	Tensión Fluencia Yp (MPa)	Tensión máxima Ts (MPa)	Alargamiento (%)	Yp/Ts
Paralelo a la laminación (0°)	309,0	348,4	9,7	
	299,3	330,8	5,9	
	309,0	337,7	10,5	
Promedio	305,8	339,0	8,7	0,90
Perpendicular a la laminación (90°)	352,1	372,1	7,3	
	361,9	390,5	5,9	
	295,0	328,5	10,1	
Promedio	336,3	363,7	7,8	0,92

4.1.4 Microscopía óptica

Se prepararon cortes metalográficos longitudinales y transversales en distintas zonas de las muestras para su observación en microscopio óptico. Las muestras no presentan su estructura completamente recristalizada, si bien comienzan a delinearse los contornos de grano (Figura 3).

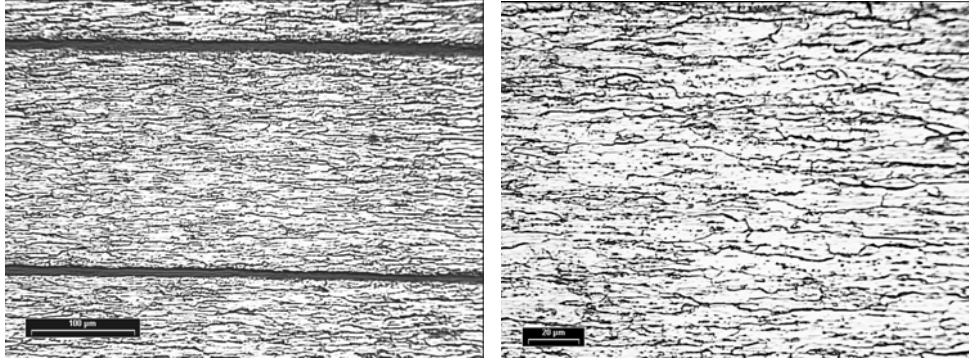


Figura 3. Microestructura de la muestra de hojalata en cortes longitudinales. Ataque Nital. Izquierda: M (256x). Derecha: M (640x).

Se realizan mediciones de longitud de los granos en el sentido de la laminación y de manera transversal a la laminación para evaluar el nivel de anisotropía del material. Los valores promedio de 20 mediciones por campo se presentan en la Tabla 4.

Tabla 4. Mediciones de longitudes de granos en el sentido paralelo y normal al de laminación.

Longitudinal		Transversal	
	L (μm)		L (μm)
Promedio	26,2	Promedio	15,8

Queda en evidencia la alta deformación remanente en el material a través de la diferencia existente entre las longitudes de los granos medidas en sentido paralelo ($L= 26 \mu\text{m}$) y transversal ($L= 16 \mu\text{m}$) al sentido de laminación.

4.2 Simulación de Ciclos de Recocido y Ensayos Posteriores

4.2.1 Durezas

Luego del recocido se realizaron determinaciones de dureza Rockwell 30T sobre las muestras. Los resultados se presentan en la Tabla 5.

Tabla 5. Valores de dureza Rockwell 30T sobre la muestra sin tratamiento (chapa original) y las muestras en estado recocido.

Muestra	Promedio
Sin TT	79,0
540-2	58,6
560-1	58,0
560-2	60,0
580-1	58,0
580-2	60,0
600-1	60,0
600-2	58,6

En todos los ciclos, no se detectaron desviaciones mayores a dos puntos en los valores de dureza promedio, encontrándose entre 58 y 60 Rockwell 30T. El ciclo más extremo en temperatura y tiempo (600°C – 2 hs) no presentó valores bajos de dureza que pudieran resultar en rechazo del material.

4.2.2 Tracciones

Se realizaron ensayos de tracción con probetas extraídas perpendicularmente al sentido de laminación (Tabla 6).

Tabla 6. Tensión de fluencia, tensión máxima, alargamiento y relación fluencia / rotura, para probetas extraídas en sentido perpendicular (90°) a la dirección de laminación.

Muestra	Tensión Fluencia Yp (MPa)	Tensión máxima Ts (MPa)	Alargamiento (%)	Yp/Ts
Sin TT	888,7	949,1	1,6	0,94
540 - 2	307,7	381,8	11,0	0,81
560 - 1	285,1	358,1	23,5	0,80
560 - 2	291,2	370,0	27,1	0,79
580 - 1	270,0	354,9	24,2	0,76
580 - 2	263,2	349,9	27,1	0,75
600 - 1	265,5	334,2	23,2	0,79
600 - 2	276,3	346,3	21,5	0,80

A medida que aumenta la temperatura de los recocidos, se observó una tendencia de disminución de los valores de tensión de fluencia y rotura, sobre todo hasta los 580°C. La relación tensión de fluencia / tensión de rotura, se mantiene prácticamente constante para todos los tratamientos.

4.2.3 Ensayos de envejecimiento

El envejecimiento es un fenómeno que provoca variaciones de los valores de las propiedades mecánicas luego de un cierto tiempo, debido a la segregación de elementos presentes en solución sólida intersticial (carbono y nitrógeno), en la estructura de dislocaciones. Ello provoca un descenso en la energía de deformación del sistema, aumentando consecuentemente el esfuerzo necesario para someter el acero a ulteriores deformaciones.⁽⁶⁾

El método para evaluar la susceptibilidad al envejecimiento (según norma IRAM IAS U 500-15) consiste en someter la probeta a una predeformación del 6% determinando la tensión R_r , y realizar posteriormente un envejecimiento artificial llevando la probeta a 100°C por el término de una hora. Luego se retoma el ensayo de tracción hasta roura determinando R_{el} (límite de fluencia inferior) (Figura 4).

Se calcula el índice de envejecimiento artificial J mediante la fórmula:

$$J = \frac{R_{el} - R_r}{R_r} \cdot 100$$

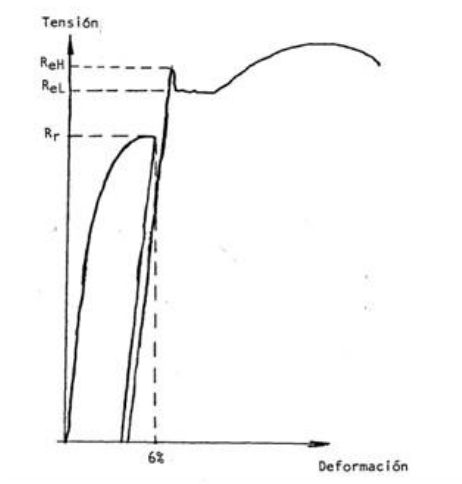


Figura 4. Datos del ensayo de envejecimiento según norma IRAM IAS U 500-102.

De acuerdo a los valores del índice J de envejecimiento estaríamos en condiciones de detectar en qué momento, luego del recocido, tenemos todo el nitrógeno combinado y precipitado. Los valores de J se presentan en la Tabla 7.

Tabla 7. Resultados de ensayos de envejecimiento en muestras recoc en laboratorio.

Muestra	R _r (MPa)	R _{eL} (MPa)	J
560-2	233,1	305,6	31 %
	246,6	311,6	26 %
580-1	269,1	305,2	13 %
	270,9	289,9	7 %
580-2	257,2	277,3	8 %
	310,6	330,6	7 %
600-1	274,1	270,0	1 %
	248,9	243,2	2 %
600-2	268,0	288,2	---
	288,8	328,2	---

El índice J prácticamente nulo estaría indicando suficiente Al, capaz de combinar todo el N soluble. En general, se observa una tendencia de disminución del índice de envejecimiento, al aumentar las temperaturas de tratamiento.

4.2.4 Microscopia óptica

En la Figura 5 se observan, a modo de ejemplo, las estructuras resultantes luego de los ensayos de recocido realizados en laboratorio a 540°C por 2 horas (arriba) y 600°C por 2 horas (abajo).

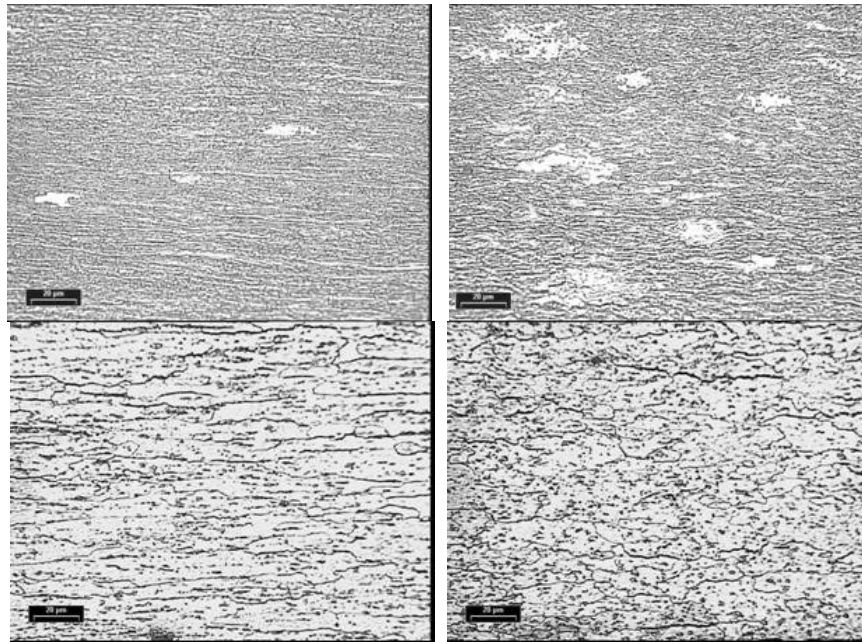


Figura 5. Muestra recocida a 540°C por 2 horas (arriba) y 600°C por 2 horas (abajo). Izquierda: cortes longitudinales, derecha: cortes transversales. (M 640x).

Se pudo observar, comparando todas las microscopias, que en los ciclos 580°C – 2 hs, 600°C – 1hs y 600°C – 2 hs, el acero se encuentra completamente recristalizado, no siendo así para los ciclos a menor temperatura.

4.3. Aplicación del Modelo de Fracción Recristalizada

Se calculó por programa el valor de nitrógeno libre (para la temperatura de bobinado de 630°C y nitrógeno inicial de 70 ppm), arrojando un resultado de 6,3 ppm y se utilizó ese dato como entrada del modelo, comparando la fracción precipitada a distintas temperaturas (560°C, 580°C y 600°C) (Figura 6). Se puede observar que para 580°C y 600°C a los 7200 segundos (= 2 horas), indicado con la línea vertical negra, tendremos el material recristalizado en su totalidad, no siendo así para el caso de 560°C.

En la Figura 7 se comparan las curvas para dos temperaturas de recocido (580 y 600°C) considerando altas y bajas temperaturas de bobinado y los límites mínimo y máximo de contenido de nitrógeno soluble en este tipo de acero.

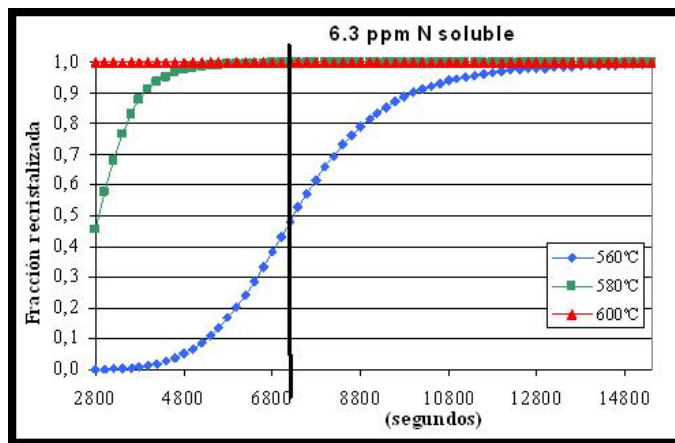


Figura 6. Resultados del modelo de recristalización para las condiciones de la muestra en estudio: TB = 630°C - $N_{total} = 70\text{ppm}$ - $N_{soluble} = 6,3\text{ppm}$

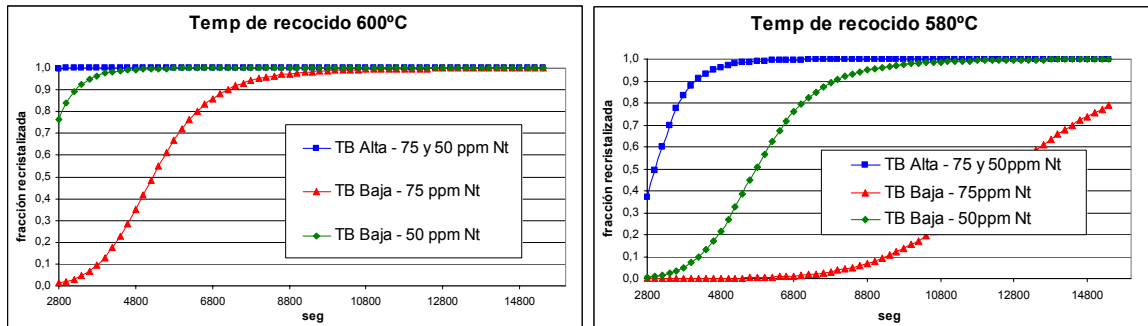


Figura 7. Resultados del modelo de recristalización para altas y bajas TB, con distintas concentraciones de nitrógeno soluble. Izq. $T = 600^{\circ}\text{C}$ y derecha $T = 580^{\circ}\text{C}$.

De acuerdo a las corridas en el modelo teórico de fracción recristalizada, las bajas temperaturas de bobinado dejan mayor cantidad de nitrógeno libre en la estructura del acero, lo que genera que disminuya la fracción recristalizada para un determinado tiempo.

A temperaturas de bobinado bajas, para un ciclo de recocido 600-2 el contenido de nitrógeno, no ejerce tanta influencia sobre la fracción recristalizada como en el caso del ciclo 580-2.

5 CONCLUSIONES

De los ensayos realizados y la aplicación del modelo, se concluye que el ciclo 600°C – 2 horas es el más robusto, apuntando a minimizar los riesgos de recristalización incompleta, sobre todo teniendo en cuenta las probables variaciones de proceso.

Los resultados de la investigación motivaron a implementar un cambio de ciclo de recocido para la hojalata, pasando de un ciclo de 580 a 600°C de temperatura de igualación. Hasta el momento no se han detectado nuevos casos de recristalización incompleta.

REFERENCIAS

- 1 Informe Interno PRO 06 320 “Estudio sobre recristalización incompleta en hojalata. Asistencia a Procesos, IAS. Diciembre de 2006.
- 2 Informe Interno IAS PRO 07 184 “Estudio sobre recristalización incompleta en hojalata - simulaciones de diferentes ciclos de recocido en laboratorio”. Julio 2007.
- 3 “A Recrystallization Model for Al-killed Low Carbon Steels” C. Liu, A. J. C. Burghardt; T. H. Jacobs and J. J. F. Scheffer. Corporate Research Laboratory, Hoogovens Groep BV. 37th MWSP Conf. Proc., ISS, Vol. XXXIII, 1996 – 963
- 4 “Study of the effect of AlN precipitation on the recrystallization of batch annealing steels”. A. Monsalve, A. Artigas y D. Celentano. 2nd IAS Conference on Uses of Steel, 2004. San Nicolás.
- 5 “Metallurgical Factors in the Hot Working and Cleaning of Hot Rolled Strip and Their Influence on the Cold Reduced Annealed Product” R. D. Hindson. The Annealing of Low Carbon Steel, pp 9.
- 6 Norma IRAM-IAS U500-15. Productos planos de acero. Método para evaluar la susceptibilidad al envejecimiento.