

# ANÁLISE MICROESTRUTURAL DA LIGA AA 3104 H19

## **Wilson Fogazzi**

Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Avenida Bento Gonçalves 9500, Cx. P. 15021, CEP 91501-970. Porto Alegre – RS. E-mail: wilson.fogazzi@ufrgs.br

## **Carlos Raimundo Frick Ferreira**

Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Avenida Bento Gonçalves 9500, Cx. P. 15021, CEP 91501-970. Porto Alegre – RS.

## **Carlos Alexandre dos Santos**

Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul. Avenida Ipiranga, 6681. Porto Alegre – RS.

## **Berenice Anina Dedavid**

Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul. Avenida Ipiranga, 6681. Porto Alegre – RS.

## **Jaime Alvares Spim**

Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Avenida Bento Gonçalves 9500, Cx. P. 15021, CEP 91501-970. Porto Alegre – RS.

**Resumo.** *No presente trabalho investigaram-se as principais características microestruturais da liga AA 3104, na condição H19, utilizada para a fabricação de latas de bebidas, através dos processos de estampagem profunda e estiramento. Amostras de dez bobinas do material de estudo foram coletadas em planta industrial de produção de latas de bebidas. As bobinas apresentaram as seguintes características dimensionais - comprimento: 8500 m, largura: 1,742 m, espessura: 0,25 a 0,26 mm. Cada bobina foi analisada em três partes distintas, a citar: região inicial, intermediária e final, em relação ao comprimento. Cada uma destas regiões foi subdividida em regiões: lateral esquerda, central e lateral direita. Este procedimento permitiu a observação da distribuição e morfologia dos precipitados ao longo da espessura, na direção longitudinal ao comprimento da bobina. Os resultados obtidos pelas técnicas de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) em combinação com análises de Raios-X (EDX) permitiram a determinação de características como morfologia, tipos e composição química dos precipitados presentes.*

**Palavras-chave.** AA 3104, microestruturas, precipitados, fabricação de latas.

## **1. INTRODUÇÃO**

A liga de alumínio AA3104-H19, utilizada na fabricação de latas de bebidas e alimentos é uma liga do sistema alumínio-manganês com pequenas quantidades de silício, magnésio e ferro como principais elementos de liga. Esta liga foi desenvolvida a partir da liga AA 3004 sendo ambas classificadas como ligas não tratáveis termicamente por não responderem ao tratamento térmico de envelhecimento. A matriz metálica é uma fase sólida de alumínio (Al- $\alpha$ , estrutura cúbica de face centrada, CFC), com um pequeno percentual de outros elementos dissolvidos em solução sólida na rede cristalina. Durante a lingotamento “*direct chill*” para a obtenção das placas a partir do metal líquido, a formação dos precipitados está relacionada diretamente com a taxa de resfriamento e segregação de soluto. Os compostos intermetálicos ou precipitados, formados durante a solidificação, têm importante papel durante as etapas de processamento subsequentes do material.

## 2. OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo a caracterização dos precipitados em amostras retiradas de bobinas da liga de alumínio AA 3104 H19 utilizadas na fabricação de latas de bebidas, quanto à ocorrência, morfologia e distribuição utilizando técnicas de microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e análise composicional por energia dispersiva por Raios-X (EDS).

## 3. REVISÃO TEÓRICA

No estado bruto de solidificação, se encontram três principais constituintes de origem eutética: Al(Fe,Mn), Al(Fe,Mn)Si, e Mg<sub>2</sub>Si. A morfologia e a estequiometria dos precipitados formados dependem da composição química da liga e da velocidade de lingotamento, sendo que elevadas velocidades de lingotamento tendem a reduzir o tamanho das partículas, Lee<sup>(1)</sup>, Nagaumi<sup>(2)</sup>, Li<sup>(3)</sup>, Li<sup>(4)</sup>. Durante a homogeneização posterior dos lingotes, etapa precedente à laminação, ocorre a precipitação de partículas do constituinte Al- $\alpha$ (Fe,Mn)Si a partir do constituinte Al<sub>6</sub>(MnFe), reação chamada “six to alpha ( $\alpha$ )” que é caracterizada pelo caráter eutetóide. A fase Al- $\alpha$ (Fe,Mn)Si tem sua nucleação na interface entre o precipitado Al- $\beta$ (Fe,Mn) e a matriz. O alumínio e a fase Al- $\alpha$ (Fe,Mn)Si resultantes do processo crescem em forma de lamelas e alinhados com a direção de crescimento, penetrando na fase Al- $\beta$ (Fe,Mn). Este processo desencadeia a formação de precipitados que apresentam mais de uma fase, podendo ser constituídos pelas fases  $\beta$  e  $\alpha$  e pontos de alumínio, chamados “Al spots”, Alexander<sup>(5)</sup>. A produtividade do processo de fabricação de latas depende de alguns fatores associados às propriedades metalúrgicas das bobinas utilizadas, cita-se o controle da textura do material e formação de uma quantidade suficiente de precipitados do tipo Al- $\alpha$ (Fe,Mn)Si. Outras características como baixo valor do índice de encruamento ( $n$ ) e uma ductilidade adequada produzem uma ótima capacidade de conformação, Merchant<sup>(6)</sup>.

## 4. MATERIAIS, MÉTODOS E EQUIPAMENTOS

Amostras foram coletadas em diferentes bobinas da liga de alumínio AA3104-H19, sendo que estas apresentam as seguintes dimensões aproximadas: comprimento de 8500 m, largura de 1,742 m e espessura variando de 0,25 a 0,26 mm. As amostras foram retiradas em três regiões em relação ao comprimento: região inicial, central e final. Cada uma destas regiões foi subdividida em três partes em relação à largura da bobina: lado esquerdo, central e lado direito, para permitir a observação da distribuição e morfologia dos precipitados ao longo da bobina, na direção longitudinal ao comprimento da mesma. As observações microscópicas foram realizadas na superfície transversal ao corte, que foi estrategicamente escolhida para garantir a observação dos precipitados que não tiveram contato direto com as ferramentas de laminação a frio. A Figura 1 mostra um desenho esquemático das regiões analisadas.

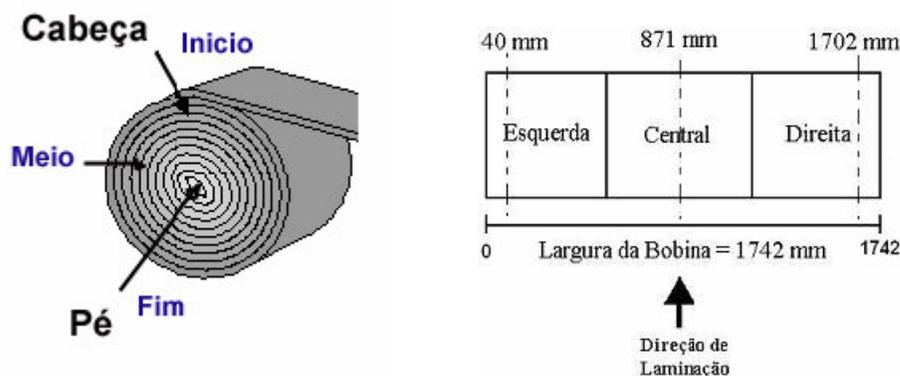


Figura 1 – Desenhos esquemáticos das regiões de interesse de retirada de amostras.

Após o embutimento a frio, as amostras foram submetidas a etapas de desbaste com lixas de grana #100, 220 e 320 para retirada das regiões que sofreram encruamento em função da deformação localizada provocada pelo corte por cisalhamento. O acabamento final da superfície das amostras foi realizado com lixas de grana # 400, 600, 800 e 1200 e as etapas de polimento foram realizadas com aluminas 1, 0,25, 0,05  $\mu\text{m}$  além de um polimento final com uma solução de sílica coloidal em água destilada e conteúdo carbonato de potássio para controle de pH. As micrografias foram realizadas com um microscópio acoplado a um sistema óptico, possibilitando aumentos de até 1000x, e sistema de aquisição de imagens com software de tratamento de dados. Para determinar a fração de área ocupada pelos precipitados, foram realizadas cinco medições em cada amostra metalográfica, utilizando-se um software de tratamento de imagens para quantificar as partículas presentes. Em cada análise foi abrangida uma área média de  $0,26 \times 0,26 \text{ mm}^2$ , sendo selecionados somente os precipitados que apresentaram um comprimento maior que  $5 \mu\text{m}$ . As amostras observadas em microscópio eletrônico de varredura foram fixadas em *stubs*, sendo preparadas segundo a metodologia a seguir: Lixamento até a grana #1200, polimento com alumina 6 e  $1 \mu\text{m}$ , com e sem ataque químico com HF 0,5%. Tais condições foram escolhidas para a determinação das melhores condições de preparação da superfície para visualização, caracterização e coleta dos dados referentes aos precipitados empregando a incidência de elétrons retroespalhados (*Back Scattered Electrons - BSE*) e elétrons secundários (*Secondary Electrons - SE*). As análises qualitativas da composição química dos principais precipitados foram realizadas utilizando EDS (Raios-X) do equipamento MEV, empregando técnicas de análise pontual em diversas regiões do mesmo precipitado e da matriz. Foram realizadas cinco (5) medidas para cada precipitado selecionado em função da coloração e da geometria, sendo o interesse somente a identificação dos elementos dos precipitados.

## 5. APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Os resultados apresentados a seguir referem-se a duas bobinas (bobina 1 e bobina 2) sendo consideradas a melhor e a pior bobina, em um amostragem de 10 bobinas, em relação à produtividade no processo de fabricação das latas de bebidas.

### 5.1. Morfologia e Distribuição dos Precipitados.

Nas bobinas analisadas não se observou uma constância em termos de tamanho e distribuição de precipitados ao longo do comprimento e da largura. Como exemplo, a figura 2 mostra duas micrografias da região central da bobina 2, nota-se a diferença em termos de densidade e distribuição dos precipitados. A seta indica a direção de laminação. Os precipitados apresentam tamanhos relativamente finos e médios, característica microestrutural geralmente observada nas regiões laterais das bobinas. A região central, tanto do início, meio e fim da bobina, apresentou precipitados relativamente grosseiros e mal distribuídos. As características morfológicas também são diferentes, alguns apresentando pontas arredondadas e alongamento na direção de laminação, outros apresentando formas facetadas.

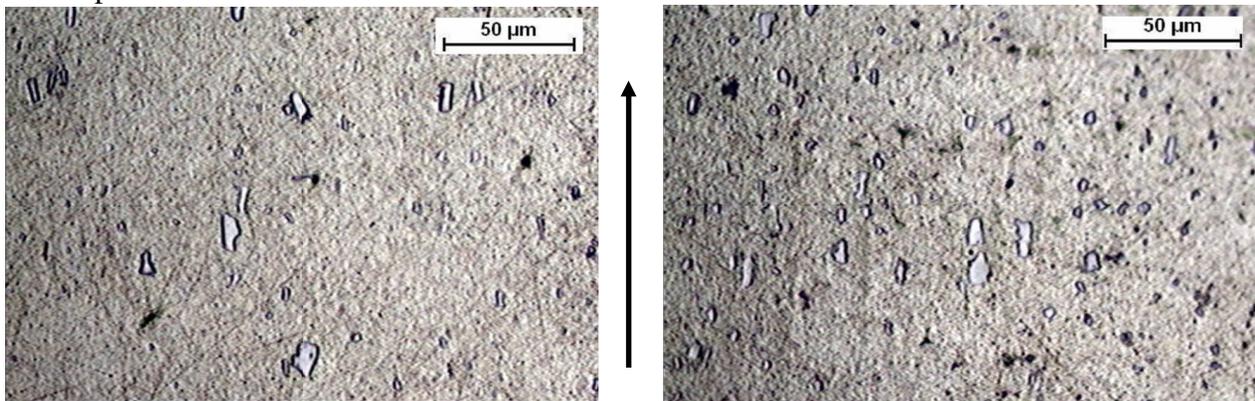


Figura 2 – Micrografias mostrando uma distribuição não homogênea de precipitados grosseiros na região central da bobina 2. (Polido).

## 5.2. Densidade de Precipitados na Matriz de Alumínio.

A Tabela 1 apresenta os resultados obtidos em relação à porcentagem de precipitados por unidade de área ao longo da espessura das bobinas. Observa-se uma maior porcentagem de área ocupada por precipitados na bobina 2, indicando uma maior densidade de precipitados maiores que 5 µm de comprimento em relação à bobina 1.

Tabela 1 – Valores médios da porcentagem de área ocupada por precipitados nas posições.

	Bobina 1			Bobina 2		
	Esquerda (%)	Centro (%)	Direito (%)	Esquerda (%)	Centro (%)	Direito (%)
Início	3,75	3,4	3,8	4,3	4,7	4,8
Meio	3,8	4,0	3,4	4,5	5,2	5,0
Fim	3,8	3,9	3,7	4,5	4,2	4,1

## 5.3. Microscopia Eletrônica de Varredura.

As micrografias obtidas através da microscopia eletrônica de varredura apresentaram imagens claras em relação à distribuição e morfologia dos precipitados presentes no material. Em particular, a qualidade das imagens fornecidas pelo modo BSE propiciou uma ótima visualização da distribuição dos precipitados mais finos na espessura das amostras observadas. A Figura 3 mostra micrografia obtida para a mesma região da amostra 2, onde é possível observar uma distribuição de precipitados finos e grosseiros ao longo da espessura da bobina, sendo que os precipitados com maiores dimensões apresentam formas alongadas e facetadas. Na visão geral, é percebido um alinhamento de partículas na direção de laminação, nota-se a diferença morfológica dos precipitados, alguns com extremidades arredondadas, outros facetadas. Precipitados Al(MnFe)Si apresentam uma alta dureza em relação às partículas Al<sub>3</sub>(MnFe). Tal característica sugere a possibilidade de que os precipitados que aparecem alongados nas micrografias são do tipo β - Al<sub>6</sub>(MnFe) enquanto os precipitados não deformados na direção de laminação são do tipo α - Al<sub>12</sub>(MnFe)<sub>3</sub>Si.

## 5.4. Caracterização Química Qualitativa dos Precipitados.

O uso da técnica de espectroscopia de dispersão de energia de raios-X (EDS) permitiu caracterizar, em relação à composição química elementar, dois tipos diferentes de precipitados presentes na liga: Al(MnFe)Si e Al(MnFe). Em relação à composição química, a análise dos difractogramas revelou que estes precipitados apresentam composições químicas distintas. Os precipitados tipo α apresentaram composições químicas Al<sub>x</sub>(MnFe)<sub>y</sub>Si. Os precipitados tipo β apresentaram composições químicas Al<sub>z</sub>(MnFe). As Figuras 4 e 5 mostram imagens em modo SE de partículas identificadas e seus respectivos espectros. O modo BSE foi utilizado durante o procedimento de caracterização elementar dos precipitados presentes nas bobinas.

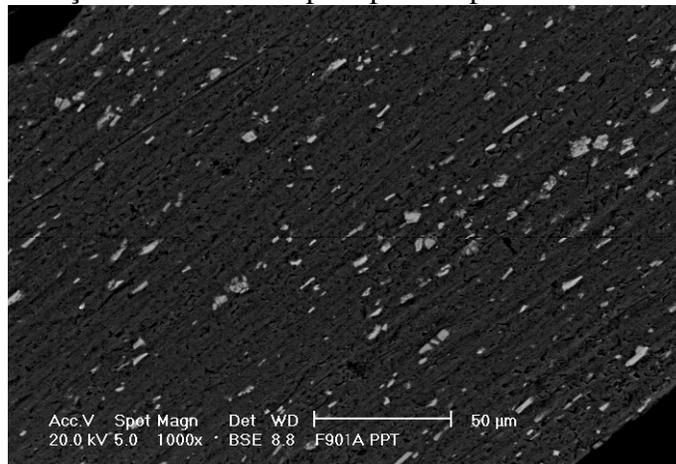


Figura 3 - Distribuição de precipitados na espessura da bobina 2, 1000x, meio, centro.

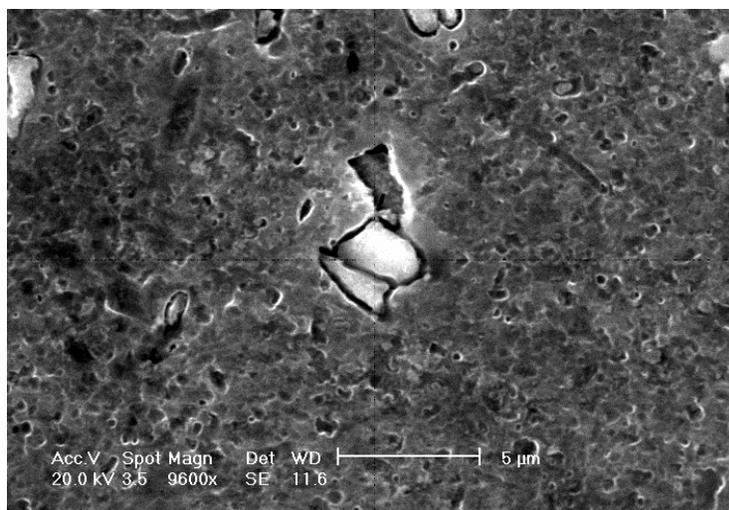


Figura 4: Precipitado tipo Al- $\alpha$ (MnFe)Si com forma facetada e espectro indicando a presença de Al, Mn, Fe e Si. Ataque HF 0,5%.

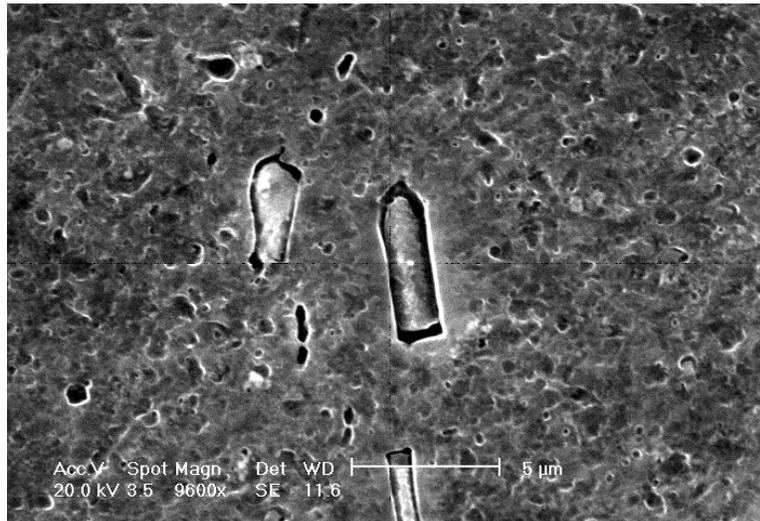


Figura 5: Precipitado tipo Al- $\beta$ (MnFe) com forma alongada e espectro indicando a presença de Al, Mn e Fe. Ataque HF 0,5%.

Não foram observados precipitados do tipo  $Mg_2Si$  nesta condição, fato associado à dissolução desta fase e subsequente transformação  $Al-\beta(MnFe) \rightarrow Al-\alpha(MnFe)Si$  durante o processo de homogeneização deste material. A não uniformidade morfológica e dimensional dos precipitados  $Al-\alpha(MnFe)Si$  e  $Al-\beta(MnFe)$  na extensão longitudinal e transversal, pode ser atribuída aos parâmetros aplicados durante a homogeneização, uma vez que os lingotes foram obtidos pelo mesmo processo e em condições idênticas de solidificação. A Figura 6 mostra precipitados do tipo  $Al-\beta(MnFe)$  e do tipo  $Al-\alpha(MnFe)Si$  em detalhe. Percebe-se uma morfologia alongada com extremidades arredondadas ( $Al-\beta(MnFe)$ ) e uma morfologia facetada ( $Al-\alpha(MnFe)Si$ ).

A transformação “six to  $\alpha$ ” responsável pela formação do precipitado  $Al-\alpha(MnFe)Si$  por difusão, depende do tempo e da temperatura de homogeneização dos lingotes. O precipitado  $Mg_2Si$  forma-se no final da solidificação e é considerado um precipitado endurecedor para as ligas de alumínio quando finamente distribuído na matriz, após envelhecimento. A temperatura de solubilização do  $Mg_2Si$  em ligas de alumínio é próxima à temperatura de homogeneização aplicada a lingotes da liga AA 3104, por isso, além da modificação da estrutura bruta de solidificação, o tratamento deverá induzir a dissolução do  $Mg_2Si$  que fornece Si (dissolvido na matriz) para a formação dos precipitados  $Al-\alpha(MnFe)Si$ . Segundo a literatura, são necessárias duas horas (550 – 600 °C) para que 50% dos precipitados  $Al-\beta(MnFe)$  sejam transformados, tempo e temperatura suficientes para dissolver uma os precipitados  $Mg_2Si$  existentes na estrutura bruta de solidificação.

A presença de  $Mg_2Si$  durante a etapa de laminação acarretará na modificação da dureza da matriz, que se tornará mais resistente ao fenômeno de deslocamento da interface matriz/precipitado observado na bobina 2. Por outro lado, durante as análises das amostras por EDS não foi encontrado nenhum precipitado  $Mg_2Si$ , em nenhuma das bobinas analisadas, sugerindo a ocorrência da dissolução total do mesmo durante o tratamento de homogeneização. A presença de precipitados grosseiros e mal distribuídos está associada à diferença da taxa de resfriamento entre o centro e a periferia dos lingotes, além do efeito de segregação durante a solidificação, que aumenta a quantidade de soluto disponível para a formação dos precipitados.

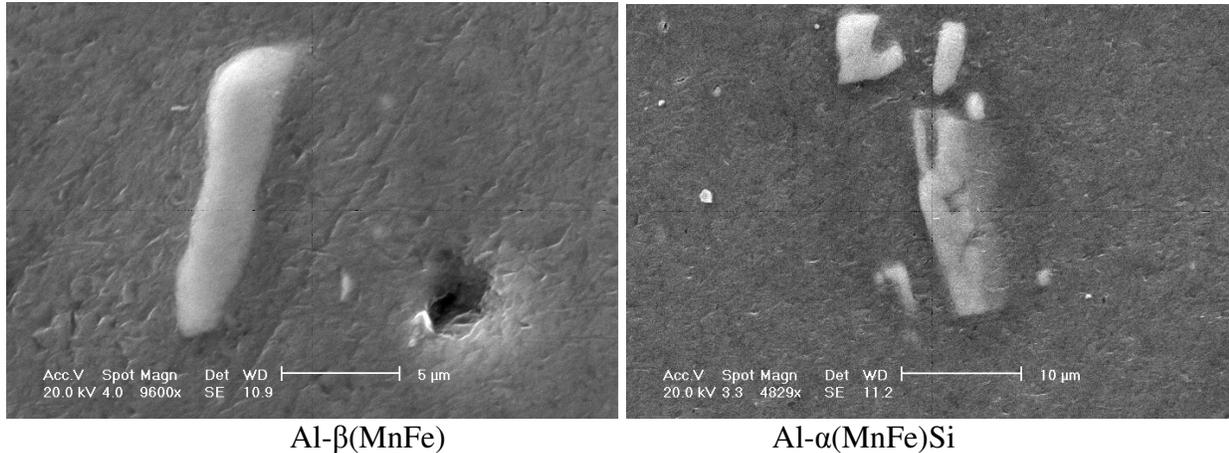


Figura 6 - Detalhes dos precipitados observados em modo SE. Polido.

## CONCLUSÕES.

A utilização das técnicas microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, análise de raios x por energia dispersiva EDS possibilitou a caracterização microestrutural e química da liga AA3104-H19, utilizada para fabricação de latas de bebidas. Especificamente, os resultados permitem delinear as seguintes conclusões para este trabalho:

- Identificou-se precipitados  $Al(MnFe)$  e  $Al(MnFe)Si$ .
- Estes apresentam formas facetadas e bastões alongados, evidenciando uma deformação no sentido de laminação da bobina.
- As bobinas analisadas apresentam uma configuração microestrutural não homogênea de precipitados ao longo do comprimento e da largura das bobinas. Algumas micrografias apresentam precipitados grosseiros e mal distribuídos, outras precipitados mais finos e melhor distribuídos na matriz de alumínio. Este fato pode influenciar desempenho das bobinas durante as operações de produção de latas de bebidas.

## AGRADECIMENTOS.

Os autores agradecem ao CNPq – Conselho Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento Científico, à Rexam Beverage Can South America e ao CEMM – Centro de Microscopia Eletrônica e Microanálises da PUC – RS.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BÄCKERUD, L.; CHAY, G.; TAMMINEM, J. **Solidification Characteristics of Aluminum Alloys, Volume 2: Foundry Alloys**. AFS, USA, 1990.
2. BÄCKERUD, L.; ARNBERG, L. **Solidification Characteristics of Aluminum Alloys, Volume 3: Dendrite Coherency**. AFS, USA, 1996.
3. ASTM STANDARDS. **ASTM E 3-95**, Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens, (1995).
4. ASTM STANDARDS. **ASTM E 407-99**, Standard Practice for Microetching Metals and Alloys, (1999).

5. ASTMSTANDARDS. **ASTM E 1245-94**, Standart Test Methods for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis, (1994).
6. LEE, P. D. Et al. Modeling of porosity formation in direct chill cast aluminum–magnesium alloys. **Materials Science and Engineering A**, (2002) Volume 328, Issues 1-2, 213-222.
7. NAGAUMI, H. Et al. Prediction of internal cracking in a direct-chill cast high strength, Al–Mg–Si alloy”, **Journal of Light Metals** Vol. 2 (2002) 161–167.
8. LI, Y.J. Et al. Quantitative study on the precipitation behavior of dispersoids in DC-cast AA3003 alloy during heating and homogenization” **Acta Materialia** Vol. 51 (2003) 3415–3428.
9. LI, Y.J. Li. Et al. Evolution of eutectic intermetallic particles in DC-cast AA3003 alloy during heating and homogenization” **Materials Science and Engineering A** 347 (2003) 130-135.
10. ALEXANDER, D.T.L. Et al. Solid-state intermetallic phase transformations in 3XXX aluminium alloys. **Acta Materialia** Vol. 50 (2002) 2571–2583.
11. MERCHANT, H. D. Structure and Property Evolution During Drawing and Wall Ironing of Aluminum Alloy 3004 **Materials Characterization** 25:251-261 (1990).
12. WARMUZEK, M. Influence of heat treatment on the precipitation of the intermetallic phases in commercial AlMn1FeSi alloy.

## MICROSTRUCTURAL ANALYSIS OF AA 3104 H19 ALLOY

### **Wilson Fogazzi**

Federal University of Rio Grande do Sul. Bento Gonçalves Avenue, 9500, Cx. P. 15021, CEP 91501-970. Porto Alegre – RS. E-mail: wilson.fogazzi@ufrgs.br

### **Carlos Raimundo Frick Ferreira**

Federal University of Rio Grande do Sul. Bento Gonçalves Avenue, 9500, Cx. P. 15021, CEP 91501-970. Porto Alegre – RS.

### **Carlos Alexandre dos Santos**

Pontifical Catholic University of Rio Grande do Sul. Ipiranga Avenue, 6681. Porto Alegre – RS.

### **Berenice Anina Dedavid**

Pontifical Catholic University of Rio Grande do Sul. Ipiranga Avenue, 6681. Porto Alegre – RS.

### **Jaime Alvares Spim**

Federal University of Rio Grande do Sul. Bento Gonçalves Avenue, 9500, Cx. P. 15021, CEP 91501-970. Porto Alegre – RS.

An investigation of the main micro-structural characteristics of AA3104 coils in the H19 condition used for the manufacturing of beverage cans was carried out in the work presented here. The acquisition of coil samples of study material took place in an industrial plant of beverage can production. The coils presented the following dimensional characteristics - length: 8,500m, width: 1,742m, thickness: from 0.25 to 0.26 mm. Each coil was analyzed in three distinctive parts as to mention: initial, intermediate and final regions in relation to its length. Each region was sub-divided into regions: left, central and right regions. Such procedure allowed the observance of distribution and morphology of precipitates in the width along the longitudinal direction of the coil. Results obtained through microscopic optical techniques and electronic microscopic scanning in association with X-ray analysis provided the determination of characteristics such as morphology, kinds and density of precipitates of the types (alpha)- Al(MnFe)Si and (beta)- Al(MnFe) in the aluminum matrix – (alpha) .

Keywords: Micro-structures, precipitates of aluminum alloy, can manufacture.