

# METODICA PREDITTIVA PER LA VALUTAZIONE DEI DIFETTI SU LAMINATI SOTTILI IN LEGA AA3005 PER IL SETTORE PACKAGING DERIVANTI DA INCLUSIONI SOLIDE NEI BAGNI DI FUSIONE

A. Atienza , C. Sinagra, A. Moschini, F. Capece Minutolo

*Nel presente lavoro si è cercato di mettere a punto una metodica di prova per l'individuazione predittiva dei microfori nei laminati sottili in lega di alluminio sin dalla fase di fusione delle placche (cioè a monte del ciclo di fabbricazione.)*

*Mettendo in relazione ripetutamente i risultati del "test PREFIL®" [1], effettuato nella fase di colata del metallo, in grado di quantificare la presenza di inclusioni solide e ossidi, con i risultati, in termini di microfori, rilevati sul laminato al termine della laminazione a freddo mediante l'utilizzo di un rilevatore ottico laser, è stato possibile ricavare relazioni abbastanza affidabili circa la previsione delle difettosità sul laminato a spessore finale, già dalla fase di colata.*

PAROLE CHIAVE: *le*

## PREMESSA

La presenza di ossidi, scorie e particelle solide nel metallo fuso, utilizzato per la produzione delle placche di alluminio, manufatto di partenza per ottenere laminati sottili destinati alla fabbricazione di contenitori alimentari, provoca la formazione di intagli, porosità e microfori. La trasformazione di ossidi ed inclusioni in pori, avviene principalmente durante le fasi di deformazione plastica mediante laminazione a freddo di finitura specialmente quando il nastro raggiunge spessori confrontabili alla dimensioni delle particelle eventualmente presenti.

La presenza di difetti sul laminato, e principalmente di pori passanti, rende il prodotto inutilizzabile per la conservazione di prodotti alimentari in vaschette ove vi è contenuto l'alimento che deve essere conservato per tempi lunghi (per alcuni prodotti la shelf life raggiunge i due anni).

Al fine di evitare numerosi e costosi scarti, effettuati sul lami-

nato sottile a valle del ciclo produttivo, si è cercato di mettere a punto una metodica di prova per l'individuazione predittiva dei microfori nel laminato già dalla fase di fusione delle placche (cioè a monte del ciclo di fabbricazione.)

Mettendo in relazione ripetutamente i risultati del "test PREFIL®" [1], effettuato nella fase di colata del metallo, in grado di quantificare la presenza di inclusioni solide e ossidi, con i risultati, in termini di microfori, rilevati sul laminato al termine della laminazione a freddo mediante l'utilizzo di un rilevatore ottico laser, è stato possibile ricavare relazioni abbastanza affidabili circa la previsione delle difettosità sul laminato a spessore finale, già dalla fase di colata.

Tale ricerca ha permesso di ottenere notevoli vantaggi pratici in termini di qualità e logistica derivanti dalla possibilità di selezionare le placche prodotte, destinando quelle fuori dal limite individuato nel test PREFIL®, a prodotti meno critici oppure, nella peggiore delle ipotesi, anche scartarle ma senza arrivare a fine ciclo produttivo (di circa 4 settimane) e, quindi, senza aggiungere costi e riducendo i tempi di rilavorazione per il reintegro della merce.

In alcuni casi, effettuando il test PREFIL® prima della colata delle placche, avendo riscontrato valori fuori dal range individuato, è stato possibile variare alcuni parametri di processo (ad esempio: migliorare la fase di scorifica mediante utilizzo

A. Atienza , C. Sinagra

Laminazione Sottile SpA - S. Marco Evangelista (CE)

A. Moschini, F. Capece Minutolo

Università di Napoli Federico II - Dipartimento di Ingegneria dei Materiali e della Produzione

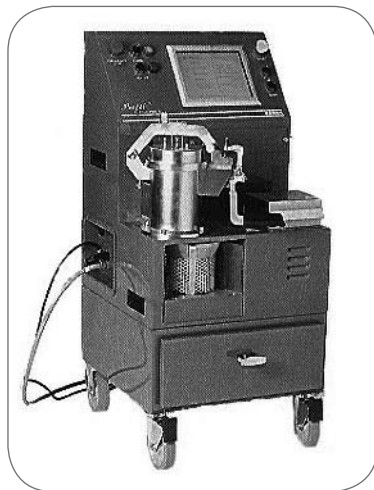


Fig. 1

**Fotografia dello strumento PREFIL®[1].**  
PREFIL® instrument picture.

di sali, aumento dei tempi di riposo bagno, flussaggio di gas, utilizzando filtri diversi, ecc.) e far rientrare il metallo nei parametri attesi.

La sperimentazione ha richiesto tempi notevolmente lunghi e si è articolata in numerosi cicli ciascuno costituito dalle seguenti fasi:

- Individuazione del prodotto finito e analisi del suo ciclo di lavorazione.
- Esecuzione dei test PREFIL®.
- Analisi del laminato all'uscita dell'impianto di sgrassaggio chimico mediante sistema di rilevazione laser.
- Correlazione tra i dati sperimentali del PREFIL® e del rilevatore laser.
- Deduzioni ed interventi correttivi.

### Scelta della lega

È stata selezionata la lega AA3005, molto utilizzata per la realizzazione di vaschette per uso la conservazione degli alimenti quali contenitori rigidi e semi-rigidi [2]. In particolare, nel presente studio, abbiamo focalizzato la nostra attenzione su laminati con spessori abbastanza bassi, compresi tra 60 e 100  $\mu\text{m}$ , destinati alla produzione di contenitori monouso semirigidi verniciati (tipo smooth wall), ottenuti mediante lavorazioni d'imbutitura (es. contenitori per marmellate, composti di frutta e dessert, ecc.).

### Descrizione del Test PREFIL®

Ossidi ed altre inclusioni possono essere misurate con l'utilizzo del PREFIL®; lo strumento, in Fig. 1, è composto sostanzialmente da un particolare filtro ceramico a porosità rigorosamente controllata e da una bilancia che misura la quantità di metallo fuso che, in un dato intervallo temporale, attraversa il filtro in esame.

La presenza di inclusioni solide [3-4-5], quali ossidi  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{FeO}$ ,  $\text{MnO}$ ; di spinelli quali  $\text{Mg}_2\text{AlO}_4$ ; di boruri come  $\text{TiB}_2$ ,  $(\text{Ti}, \text{V})\text{B}_2$ ; composti intermetallici alfofondenti quali  $\text{MnAl}_3$ ,  $\text{FeAl}_3$ ,  $\text{FeMnAl}_6$ , carburi  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ,  $\text{TiC}$ ; cloruri  $\text{MgCl}_2$ ,  $\text{NaCl}$  e materiali refrattari inerti quali  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{SiO}_2$  ecc..., ostruendo la superficie del filtro, riducono progressivamente la velocità d'attraversamento del metallo fuso attraverso lo stesso, immesso in un crogiolo ceramico preventivamente termostato a 700°C.

Il test restituisce un diagramma cartesiano che riporta come ordinata il peso del metallo [kg] e come ascissa il tempo d'attraversamento [s].

È ovvio che tanto più il metallo è esente da inclusioni solide,

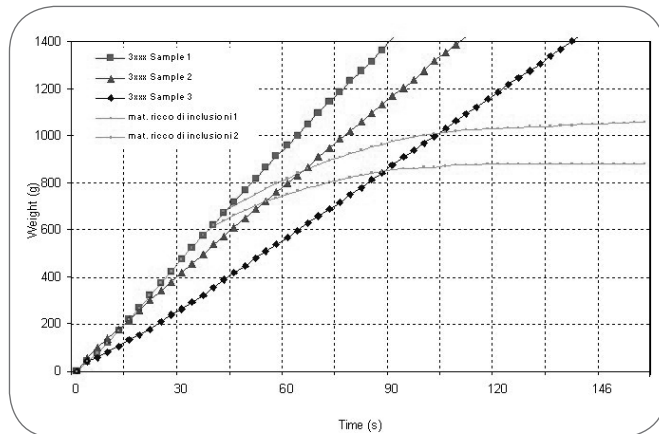


Fig. 2

**Test Prefil® relativo a tre diverse qualità dell'alluminio (curva rossa=materiale con meno inclusioni solide) ed 2 campioni di materiale con presenza rilevante di inclusioni solide (curve arancioni).**

PREFIL test related to three different aluminium qualities (red curve = metal with less solid inclusions) and two material samples with considerable presence of solid inclusions (orange curves).

tanto più la forma della curva restituita dal test è assimilabile ad una retta con elevato coefficiente angolare. (Fig. 2).

Sperimentalmente si osserva che la presenza di numerose particelle solide causano una deviazione alla curva del test, allontanando i risultati PREFIL® dalla condizione di rettilineità.

Accade nella pratica che la curva presenti deviazioni come quelle indicate in Fig. 2; in questi casi, come appunto evidenziato dalla figura, l'elevata presenza di inclusioni solide ha comportato una notevole riduzione della portata di metallo attraverso il filtro ed il relativo aumento del tempo d'attraversamento di quest'ultimo.

La sperimentazione effettuata si prefiggeva di individuare, sul diagramma offerto dal test PREFIL® una zona entro la quale si riuscisse poi ad ottenere un laminato con un numero accettabile di microfori: il test sarebbe stato ritenuto superato se la curva ottenuta nel caso considerato, sarebbe sortita entro i limiti individuati.

Per il miglioramento qualitativo si può eseguire un'analisi metallografica da effettuare sul filtro del PREFIL®, al fine di identificare e quantizzare i tipi di inclusioni presenti nel bagno di fusione: è così possibile mettere in atto azioni correttive sul processo per limitarne la formazione o bloccarne il deflusso nella placca. Un esempio di tale metodica è riportato nella Fig. 3.

### Esecuzione della prova PREFIL®

Il test PREFIL® deve essere opportunamente preparato per la corretta esecuzione. Vanno impostati i parametri relativi al tipo di filtro utilizzato, indicando il numero delle mesh dello stesso.

Il crogiolo, composto da un recipiente metallico opportunamente rivestito di materiale isolante e da un filtro intercambiabile, devono essere preriscaldati a 700°C per evitare precoci solidificazioni quando viene riempito di metallo fuso. Bisogna registrare i parametri di lega e la temperatura al momento del prelievo del campione. Questa deve essere la stessa per ogni prova al fine di evitare che la diversa viscosità del metallo fuso influenzi i risultati della prova. Il campione, prelevato all'usc-

ta dell'impianto di degasaggio, presenta una temperatura media orientativa (per la lega 3005) di 710-730 °C.

Il campione viene versato all'interno di un crogiolo in materiale ceramico, qui la presenza di una termocoppia ci consente la rilevazione della temperatura durante tutta la durata della prova.

Il metallo, per effetto della gravità attraversa il filtro e precipita in un secondo crogiolo disposto su una bilancia. Le fasi della prova sono schematizzate in Fig. 4.

Risulta che, semplicemente misurando il peso del metallo filtrato rispetto al tempo, si ottengono curve differenti, in funzione di questi due parametri: tanto più il metallo risulta essere ricco di inclusioni solide, tanto più la curva si distaccherà dalle condizioni di rettilineità.

Terminato il test si aspetta che, sia il metallo presente all'interno del crogiolo iniziale che quello a valle del filtro, solidifichi così da essere facilmente allontanato senza rischi per l'operatore.

Inoltre, dal primo crogiolo deve essere smontato il filtro; quest'ultimo, inviato al laboratorio metallografico, se si vuole

investigare sul tipo di inclusione presente, potrà essere preparato all'analisi utilizzando le comuni tecniche di politura metallografica ed osservato al microscopio ottico.

Sostituito quindi il filtro, riscaldato nuovamente il crogiolo e reimpostati i parametri di prova, lo strumento è pronto per una nuova esecuzione.

**Analisi dei microfoni sul laminato mediante rilevatore ottico a raggio laser**

Le inclusioni solide contenute nei laminati sottili risultano essere notevolmente differenti da quelle contenute nel metallo fuso in cui si sono sviluppate; normalmente tali composti sono più duri della matrice metallica e, di conseguenza anche più fragili. Ciò comporta che, durante i successivi processi di deformazioni plastica, e principalmente durante la laminazione a freddo, essi vengano "frantumati" e possono generare microfiori sul laminato.

I fori formati, possono avere forma e dimensione variabile, in funzione della dimensione (taglia), dell'orientamento del difetto iniziale e del tipo di lavorazione; le inclusioni di piccola taglia possono generare anche difetti, incisioni sul metallo "non passanti" il che rende inefficace il sistema di controllo a rilevatore laser utilizzato (che misura solo i fori passanti).

L'impianto è un sistema opto-elettronico a tecnologia Laser [6] di tipo statico, concepito e realizzato per rilevare micro-fori su fogli di materiali non trasparenti.

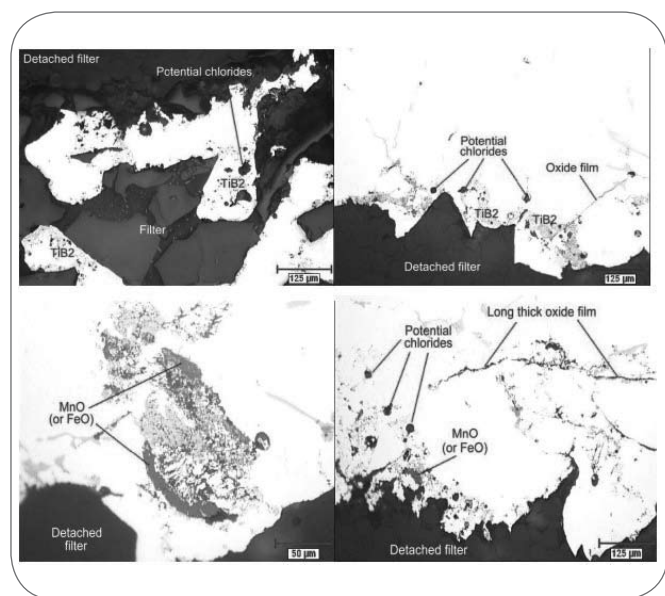
Esso può essere installato sull'impianto di produzione allo scopo di disporre in tempo reale delle informazioni sulla qualità del prodotto durante il processo produttivo, consentendo così all'operatore di effettuare azioni correttive mirate, al fine di non reiterare gli errori.

A lavorazione ultimata, il sistema fornisce un report che, con immediatezza di lettura, rilascia una mappatura dell'intera superficie del rotolo esaminata definendo la localizzazione dei fori e la loro classificazione in base alla dimensione.

L'apparecchiatura è costituita da sei parti fondamentali:

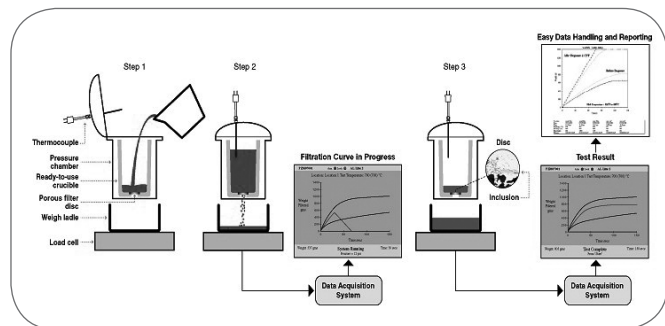
- Trasmettitore
- Rilevatore
- Unità di controllo
- Diaframma automatico
- Cabinet elettronica
- Computer system

Il principio di funzionamento è illustrato in Fig. 5



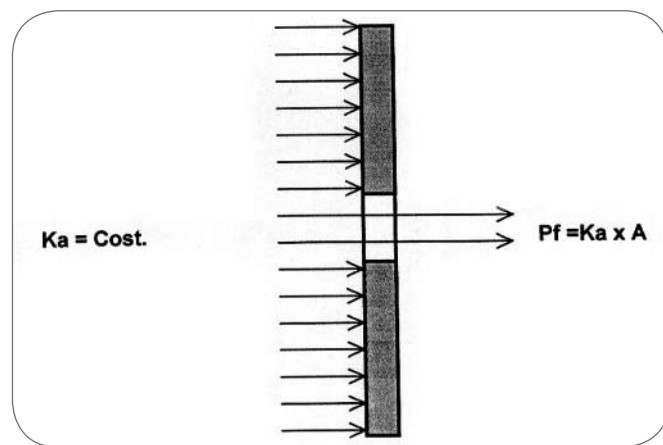
▲ Fig. 3

**Metallografie effettuate sul filtro per l'individuazione delle inclusioni solide.**  
Metallographies realized on the filter for specification of the solid inclusions.



▲ Fig. 4

**Schema delle fasi test Prefil® [1].**  
PREFIL test phases layout.



▲ Fig. 5

**Schema delle fasi test Prefil® [1].**  
PREFIL test phases layout.

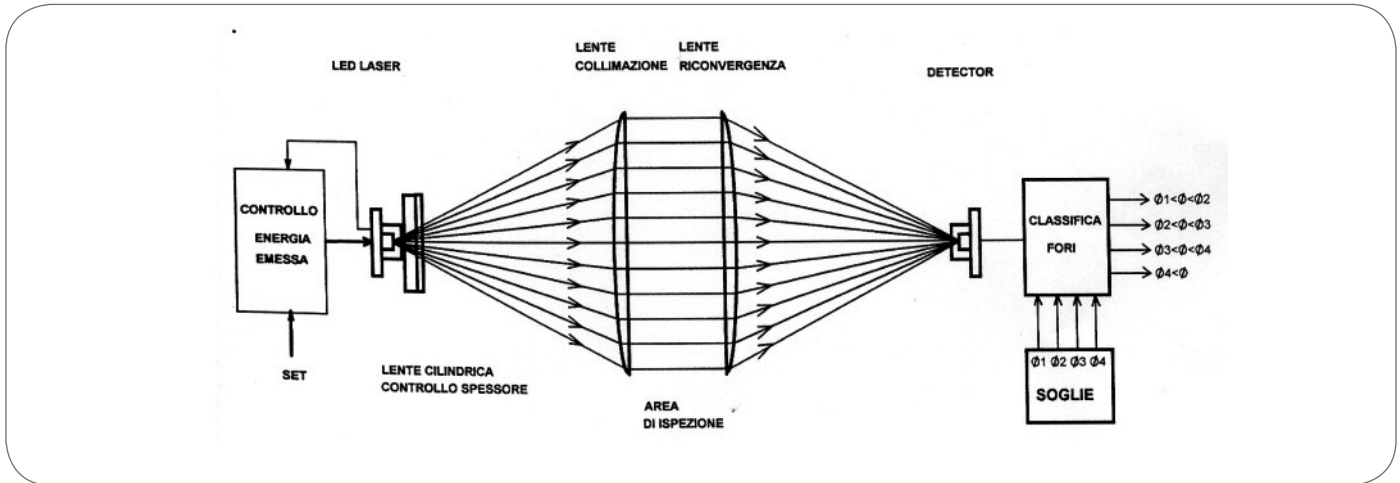


Fig. 6

### Elementi costitutivi del misuratore laser [6].

Constitutional elements of the laser meter.

Proiettando un fascio di luce parallelo sulla faccia superiore del materiale, in presenza di micro-fori (cioè con dimensioni inferiori allo spessore del fascio) l'energia che si propaga al di là del foglio da ispezionare è proporzionale alla superficie del foro.

In questo modo la misura della dimensione di un foro viene ricondotta alla misura dell'energia luminosa che l'attraversa.

Fisicamente il sistema è costituito da singole celle elementari, modulari e componibili che permettono di costruire configurazioni dimensionali a richiesta. La configurazione di ogni singola cella, mostrata in Fig. 6, utilizza una lente cilindrica ed una sferica per focalizzare il raggio sulla superficie del nastro da ispezionare.

Il fascio laser parallelo generato dalla cella elementare produce sul materiale da ispezionare una barretta luminosa larga 27mm con uno spessore di circa 50µm.

In ricezione un'altra lente sferica raccoglie la luce che attraversa il foro e la riconverge su un foto rilevatore.

Correlazione tra i risultati dei tests Prefil® ed i risultati del rilevatore laser sui coils a spessore finale.

Nella presente indagine sono state effettuate 50 prove Prefil® su colate effettuate sullo stesso tipo di lega, ed atteso il completamento dell'intero processo produttivo (cioè fino alla laminazione a freddo dei rotoli fino a spessori compresi tra i 60 e i 100 micron); i test PREFIL® sono stati messi in relazione con i risultati del rilevatore ottico laser, che restituisce la localizzazione e la classificazione dimensionale dei fori passanti presenti sul nastro. La classificazione dei microfoni è effettuata in base alla dimensione degli stessi; essi vengono divisi in quattro classi A, B, C e D ( $10 < A < 39 \mu m$ ,  $40 < B < 99 \mu m$ ,  $100 < C < 499 \mu m$ ,  $D > 500 \mu m$ ). La distribuzione dei fori sulla lunghezza del laminato è stata classificata con il seguente criterio: 0-2%; 2-50%; 50-98%; 98-100%, ed infine, è stato considerato il numero di fori totali presenti per ogni 1000 m<sup>2</sup>. I risultati sono stati analizzati trascurando i dati rilevati nelle zone di laminato iniziali e finali dei rotoli (teste/code) poiché la distribuzione e la quantità dei difetti passanti nelle suddette zone non è significativa dell'intera lunghezza dei coils in quanto fortemente influenzati dalle condizio-

ni di inizio e fine colata..

Assegnando un valore di influenza ad ogni classe dimensionale dei fori è possibile calcolare una media ponderale, indice dell'influenza complessiva degli stessi.

Si è assegnato:

- Fattore di ponderazione dei difetti di classe A=0.1
- Fattore di ponderazione dei difetti di classe B=0.3
- Fattore di ponderazione dei difetti di classe C=0,5
- Fattore di ponderazione dei difetti di classe D= 1

Il committente impone, quindi, i limiti di specifica della qualità del laminato, definendo cioè il valore del numero massimo di difetti equivalenti ammissibili sul laminato, tenendo conto del peso delle singole classi dimensionali (sommatoria del n° di difetti per ogni classe, moltiplicato il fattore di ponderazione, il tutto riferito ad una superficie di 1000m<sup>2</sup>). La sperimentazione è stata effettuata sulla media delle specifiche richieste da un elevato numero di produttori di contenitori per la conservazioni di alimenti.

Si è pertanto scelto il valore 18 fori/1000 m<sup>2</sup> (n. difetti equivalenti) come limite di accettabilità

Per brevità non possono essere riportati tutti i dati: si ri-

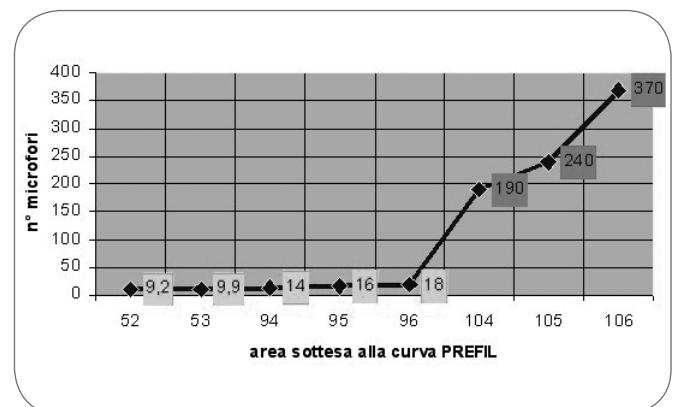


Fig. 7

Diagramma che riporta il numero di microfoni per 1000 m<sup>2</sup> in funzione del valore numerico attribuito all'area sottesa alla curva Prefil®.

Chart containing the number of micro-holes / 1000 m<sup>2</sup> for the numerical value ascribed to the area under the PREFIL curve.

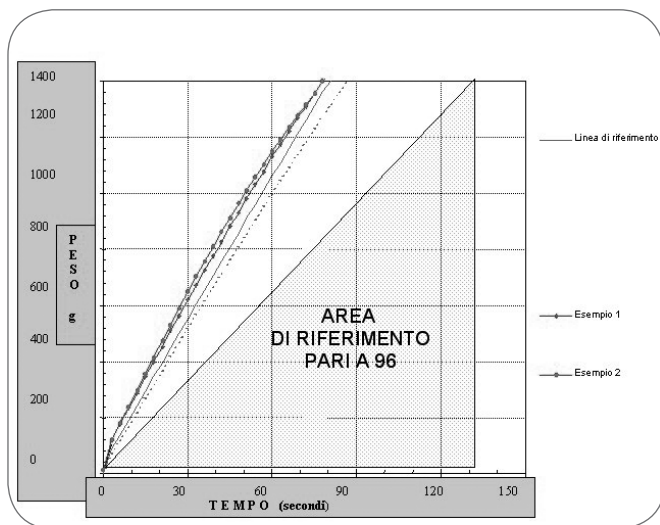
porta sotto forma di diagramma, in Fig. 7, il confronto tra il valore derivante dall'analisi con le analisi Prefil®, utilizzando come parametro discriminante il valore numerico corrispondente all'area sottesa dalla curva ed il numero di microfoni rilevati sul laminato a spessore finale. In Fig. 10 è rappresentato il limite entro quale le prove Prefil® devono attestarsi ( $\leq 96$ ) per ottenere un laminato a spessore tra 60 e 100 micron entro limiti accettabili. In Fig. 9 sono visualizzate tre curve Prefil® per materiali contenenti quantità di inclusioni diverse (tot. Articolato espresso in  $\text{mm}^2/\text{Kg}$ ), e conseguente numero di microfori sul laminato finale diversi.

**CONCLUSIONI**

La sperimentazione ha consentito di mettere in relazione i risultati del test PREFIL®, effettuato sul metallo liquido durante il processo di colata delle placche in lega AA3005, ed il numero di microfoni riscontrati sui coils successivamente laminati a spessori finali compresi tra i 60 e i 100 micron.

Non si ritiene che l'argomento possa essere univocamente risolto attraverso una precisa relazione matematica, ma si è potuto individuare sperimentalmente un'area (quella sottesa al test PREFIL®) e stabilire dei limiti che offrono ragionevoli garanzie per l'ottenimento di un laminato sottile con un numero di microfori per  $1000 \text{ m}^2$  di superficie, rilevato con sistema di rilevamento ottico mediante laser, che rientrano negli standard di accettabilità dei produttori di vaschette per la conservazione di cibi per tempi prolungati.

L'analisi metallografica effettuata sul filtro dello strumento PREFIL® consente di individuare il tipo di inclusione solida ed orientare le azioni correttive, da effettuare sul processo nelle diverse fasi di colata (carica, modalità di alligazione, modalità di combustione, scorifiche, degasaggi, riposi bagno, scelta del filtro ceramico, ecc.) per contenere la presenza di inclusioni "dure" che rappresentano la causa principale dei fori sul laminato a bassi spessori.



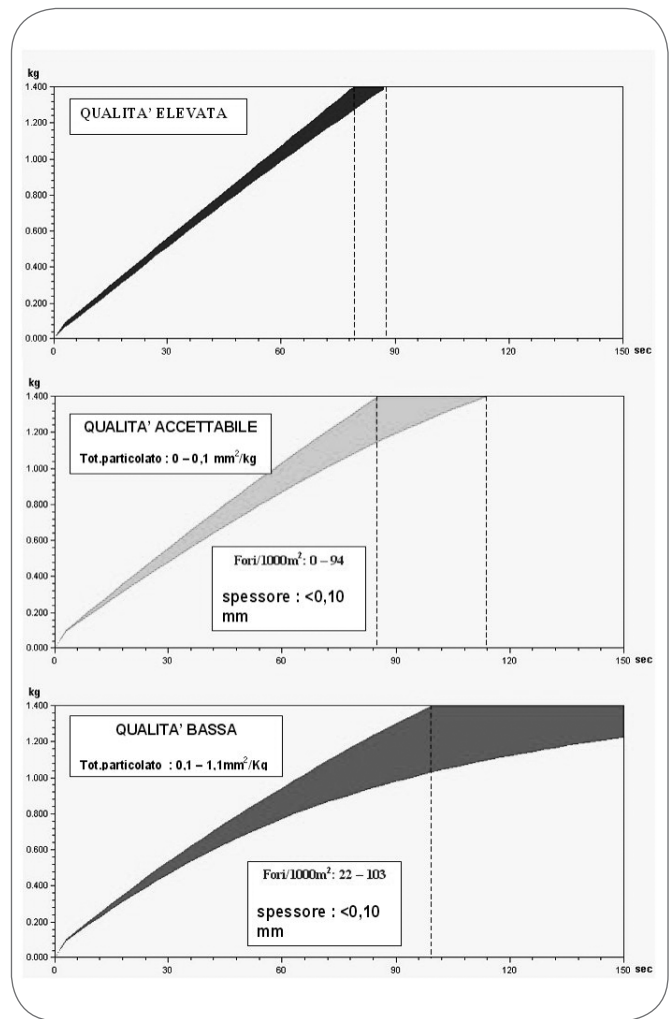
▲ Fig. 8 Area di riferimento sottesa alla curva Prefil®. Reference area under the Prefil® curve.

**BIBLIOGRAFIA**

- [1] ABB Analytical, PREFIL® Pressare Filtration Melt Cleanliness Analyzer, N-TEC Limited Patent
- [2] C. Sinagra- R. Zocchi – La verniciatura di nastri in lega di alluminio destinati alla produzione di contenitori semirigidi per alimenti : garanzie di igiene, qualità, estetica e riciclabilità – Converter n. 51, 1996
- [3] ASM International, Aluminum and Aluminum Alloys – Specialty Handbook – 1996
- [4] Aluminium Handbook, Fundamentals and materials Ed. Aluminium Verlag 1999
- [5] A. Gallo – Metallurgia e metallografia – Ed. Cooperativa Universitaria Editrice Napoletana – 1979
- [6] EDS Electronic Design System, Pinhole detector – Manuale operativo

**NOTE:**

The PREFIL® test, testing methods and analysis procedures belong to N-Tec and are manufactured exclusively by Bomem Inc. [PREFIL®, Footprinting and Footware are trademarks]



▲ Fig. 8 Area di riferimento sottesa alla curva Prefil®. Reference area under the Prefil® curve.

PREFIL® test data reflect the metallurgical cleanliness of material actually sampled. Results are reproducible but long term metallurgical quality will be dependent on the standard procedures and starting stocks employed in the manufacturing process. The value of any conclusions

drawn from the data presented here will depend on the extent to which the material evaluated in this study is representative. Footprinting can be used as part of a quality assurance program.

---

## ABSTRACT

---

### **EFFECT OF HYDROGEN DIFFUSION ON ENVIRONMENTAL ASSISTED CRACKING OF PIPELINE STEELS UNDER CATHODIC PROTECTION**

**Keywords:**

Pipeline steels can show Environmental Induced Cracking phenomena under slow straining with Hydrogen Embrittlement mechanism under cathodic protection [1]. Hydrogen evolution can take place due to cathodic protection normally used in order to protect the pipeline against general corrosion. The steel is polarized at cathodic potentials in the range  $-0.8$  to  $-1.1$  V vs SCE, but very negative values could be reached in overprotected

areas close to the impressed current anodes. The hydrogen ions reduction reaction takes place on the metal surface, creating adsorbed hydrogen. The adsorbed hydrogen diffuses into the metal owing its solubility in the metal lattice.

In this paper hydrogen permeation tests were carried out according to the electrochemical methods proposed by Devanathan-Stachurski [8] on different pipeline steels (Tab. 1 and Fig. from 1 to 4). The hydrogen diffusivity depends on microstructure of the steel (Tab. 2). Also the tensile properties depend from the microstructure of the steel, so it is possible to observe a correlation between the hydrogen diffusion coefficient and the yield strength of the different steels (Fig. 5). Because hydrogen mainly diffuses through pre-existent paths as ferritic grain boundary