

https://repository.uaeh.edu.mx/revistas/index.php/aactm/issue/archive Tópicos de Investigación en Ciencias de la Tierra y Materiales

ISSN: 2395-8405

Publicación anual, Vol. 11, No. 11 (2024) 26-33

## Caracterización de recubrimientos de base Aluminio, obtenidos mediante inmersión en caliente, sobre acero de bajo carbono

# Characterization of aluminum-based coatings, obtained by hot dip processing on low carbon steel

Javier Cervantes Cabello<sup>®</sup>, J. Rafael González Parra<sup>®</sup>, c, Raúl Valdez Navarro<sup>®</sup>, Helgi S. Waage Delgadillo<sup>®</sup>, \*, Miguel Ángel Hernández Gallegos <sup>®</sup>, Arturo Barba Pingarrón <sup>®</sup>, d

<sup>a</sup> Centro de Ingeniería Avanzada, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior, Ciudad Universitaria, 04510, Ciudad de México, México.

<sup>b</sup> Instituto de Física, Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria, 04510, Ciudad de México, México.

<sup>c</sup> Centro de Ingeniería de Superficies y Acabados, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior, 04510, Ciudad de México, México.

<sup>d</sup> Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, 42184, Pachuca, Hidalgo, México.

#### Resumen

En este trabajo se presentan los resultados provenientes de la obtención y caracterización de muestras de acero de bajo carbono AISI 1018, aluminizadas por inmersión en caliente. Las piezas recubiertas fueron caracterizadas mediante microscopía electrónica de barrido, microsonda, microdureza Vickers y ensayos electroquímicos de polarización en una solución de cloruro de sodio. Algunas piezas recubiertas se sometieron a diversos tratamientos de recocido, de laminación y de laminación más recocido. Dichas piezas se caracterizaron, adicionalmente, mediante ensayos de tracción y de embutido para generar el diagrama de conformación límite (DCL) de las muestras revestidas y sometidas a los diversos procesamientos. Los resultados obtenidos muestran una mejora importante de resistencia a la corrosión de los recubrimientos y la influencia de la presencia de compuestos intermetálicos Al-Fe, en la disminución de la conformabilidad de los revestimientos.

### Palabras Clave:

Aluminizado por inmersión en caliente, Acero de bajo carbono, Resistencia a la corrosión, Conformabilidad.

#### Abstract

This work presents the results from the obtaining and characterization of hot dip aluminized AISI 1018 low carbon steel samples. The coated pieces were characterized by scanning electron microscopy, microprobe, Vickers microhardness and electrochemical polarization tests in a sodium chloride solution. Some hot-dip aluminized steel parts were subjected to various annealing, rolling, and rolling-annealing treatments. These pieces were additionally characterized by tensile and drawing tests to generate the limit conformation diagram (LCD) of the coated samples subjected to the various processing. The results obtained show improvement of corrosion resistance of the coatings and the influence of the presence of Al-Fe intermetallic compounds on the decrease in the formability of the coatings.

#### Keywords:

Hot dip aluminizing, Low carbon steel, Corrosion Resistance, Conformability.

#### 1. Introducción

Los procesos para obtener recubrimientos mediante tecnologías de inmersión en caliente y en particular el galvanizado, se vienen usando desde hace más de un siglo como estrategia fundamental de protección contra la corrosión ante diferentes ambientes, especialmente urbanos, en los que su comportamiento resulta muy satisfactorio, en términos generales. Sin embargo, en ambientes altamente corrosivos o de elevada temperatura (más allá de 200°C), la resistencia a la corrosión de los aceros galvanizados puede resultar insuficiente. Algunas propuestas de solución a estas limitaciones incluyen la generación de recubrimientos con alto contenido de aluminio, en virtud de su elevada resistencia a la corrosión asociada a la formación de películas pasivas de óxido de aluminio (*Aluminizado por inmersión en caliente, Hot dip aluminizing, por su nombre en inglés*).

Otras consideraciones a favor de la aplicación del aluminizado por inmersión en caliente (AIC), son las de su posible empleo como una alternativa al uso, en algunos casos, de ciertos aceros inoxidables, especialmente los de tipo ferrítico, con la utilización de aceros al carbono aluminizados por inmersión en caliente, lo que puede, en ciertas condiciones, disminuir los costos y proporcionar un buen rendimiento, por ejemplo, en aplicaciones



<sup>\*</sup>Autor para la correspondencia: helgi.waage@gmail.com

Correo electrónico: javcer@unam.mx (Javier Cervantes Cabello), rparra@fisica.unam.mx (J. Rafael González Parra), raul.valdez@ingenieria.unam.edu (Raúl Valdez Navarro), helgi.waage@gmail.com (Helgi S. Waage Delgadillo), mahdz2010@comunidad.unam.mx (Miguel Ángel Hernández Gallegos) y arturo.barba@ingenieria.unam.edu (Arturo Barba Pingarrón)

como los escapes automotrices. Algunas observaciones más apuntan a que el aluminizado, en razón de evitar la vaporización del aluminio, puede resultar una opción ambientalmente más amigable respecto al galvanizado por inmersión en caliente tradicional (Pratim et al, 2023)

El AIC se puede llevar a cabo tanto de manera discontinua, como continua (Leonard, 2013) y se ha aplicado, fundamentalmente, sobre aceros al carbono y, particularmente de bajo carbono. Sin embargo, se ha aplicado, asimismo, sobre aceros al carbono de mayor contenido (Bangukira et al, 2012; Bhat et al, 2013; Cheng et al, 2011) e incluso sobre algunas fundiciones (Mola et al 2014). Asimismo, se ha aplicado también sobre aceros aleados usados en la industria petrolera (Ali et al, 2019), así como sobre aceros inoxidables, a fin de dotarles de mejorada resistencia a la corrosión y oxidación, especialmente a temperaturas elevadas, (Lee et al, 2017) y recientemente, como opción para incrementar sus posibilidades de aplicación en el campo biomédico. (Ciuffini et al, 2017; Frutos et al, 2009; Pratim, 2023).

Las composiciones más empleadas a nivel industrial son el uso de baños de aluminio puro fundido, aunque también se utilizan combinaciones Al-Si, en diversas proporciones de silicio. (Frutos et al, 2009; Huigol et al, 2013, Pratim, 2023)

El proceso de AIC asociado a la difusión que puede ocurrir durante el proceso, (la cual, a su vez está ligada a la temperatura del baño utilizada, el tiempo de inmersión, la composición del baño y del sustrato), provoca la formación de compuestos intermetálicos Al-Fe, (las opciones más comúnmente mencionadas en la literatura son Fe<sub>3</sub>Al, FeAl, FeAl<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> y FeAl<sub>3</sub>), fases que están en consonancia con lo indicado en el Diagrama de Fases Al - Fe (ver figura 1).



Figura 1: Diagrama de Fases Al-Fe.

Las fases más frecuentemente encontradas en aceros al carbono (de bajo y medio carbono), aluminizados por inmersión en caliente, cuando se emplean baños de aluminio puro, son  $Fe_2Al_5$  (de menor energía libre de formación) y FeAl<sub>3</sub>, de comportamiento frágil ambas fases. Cuando se emplean aceros aleados como sustratos y baños de Al con adiciones de Si, las fases encontradas son, aún, de mayor complejidad (Bangukira, 2012, Pratim et al, 2023, Sasaki et al 2005). Cabe señalar que aún existen áreas de controversia en el Diagrama de Fases Fe-Al, especialmente en las zonas ricas en Al. Así, por dar un ejemplo, aparecen diferencias acerca de la correcta denominación de las fases, como es el caso de la fase  $Fe_2Al_5$ , la cual, según algunos autores recientes, corresponde a una denominación más adecuada de  $Fe_4Al_{13}$ . (Pratim, 2023)

En razón de esa posible fragilidad se han buscado estrategias orientadas a disminuir ese riesgo. Una de ellas, justamente, es la

adición de silicio en cantidades del orden, usualmente, desde 7 hasta 11% (en peso) al baño, en general con buenos resultados, especialmente sobre otros sustratos diferentes a los aceros al carbono. (Frutos et al, 2009; Huigol et al, 2013)

Uno de los retos que actualmente se intenta resolver es el poder lograr un adecuado control de la formación de los posibles compuestos intermétalicos que se pueden generar entre Fe y Al, pues dichos compuestos, como se ha indicado previamente, dada su fragilidad, pueden provocar una disminución importante de la conformabilidad de los recubrimientos (Basariya et al, 2018).

Otra de las propuestas es la de aplicar, posteriormente al proceso de AIC, tratamientos térmicos de recocido, usando diversas temperaturas y tiempos de tratamiento, a fin de promover la difusión de Al y de Fe y disminuir el porcentaje de las fases frágiles en el espesor del propio recubrimiento, lo más deseable es que estas fases estén en un nivel del orden de 25%. Se han estudiado con detalle los fenómenos de difusión que pueden tener lugar tanto durante el proceso de aluminizado por inmersión en caliente, como en el tratamiento térmico posterior, (Cheng et al, 2011; Liberski et al, 2008). En ellos predomina la difusión del aluminio y dado que termodinámicamente está favorecida la formación de  $Fe_2AI_5$  y de  $FeAI_3$ , sobre otros compuestos intermetálicos Fe-Al, son las fases más probablemente presentes cuando aceros al carbono se aluminizan por inmersión en caliente (Pratim et al, 2023).

Recientemente se ha incorporado al estudio del AIC, el uso de herramientas computacionales, tales como Calphad y otras a los estudios de la difusión del Fe y el Al empleando técnicas de simulación, lo que ha permitido conocer a mayor profundidad cómo se van desarrollando los diversos fenómenos, especialmente de difusión, en este tipo de procesos (Pratim, 2023).

El propósito de este trabajo es el de obtener recubrimientos ricos en aluminio mediante el AIC de un acero de bajo carbono, caracterizarlos y evaluar, en primera instancia, el efecto del proceso en la resistencia a la corrosión del sustrato y de la aplicación posterior al AIC, de un tratamiento térmico de recocido y de dos etapas de laminación, en las propiedades de un acero de bajo carbono revestido mediante este proceso, especialmente en la conformabilidad de dichos recubrimientos, a fin de valorar las opciones de sus posibles aplicaciones.

#### 2. Desarrollo Experimental

El sustrato empleado fue acero AISI 1018 (composición química típica: 0.15-0.20 C, 0.6-0.9 Mn, <0.4 Si, <0.04 P, <0.05 S) de microdureza inicial de 130 Vickers. Las dimensiones a las cuales fueron cortadas cada una de las probetas utilizadas para esta investigación, fueron de 50 X 38 mm, en un caso y de 76 X 90 mm, en el otro. Las probetas pequeñas fueron empleadas para la evaluación de la microdureza, para el estudio metalográfico del recubrimiento, para la medición del espesor del revestimiento y para los ensayos electroquímicos de corrosión, en tanto las de mayor tamaño se utilizaron para la valoración de la respuesta mecánica, acorde a los requerimientos, en cada caso, de las Normas correspondientes a un ensayo de tracción uniaxial y a un ensayo de embutido Erichsen. Para la fabricación del baño de aluminio, se realizó la fusión de aluminio comercialmente puro, denominación 1100.

Para la obtención de los revestimientos, las probetas, se sometieron a un proceso de preparación que incluye una limpieza con percloroetileno con permanencia en el baño de 5 a 10 min, un decapado con una solución de ácido clorhídrico al 10%, usando una solución de tiourea como inhibidor, durante 6 min, y posteriormente se realizó la activación de la superficie (fluxado), empleando para ello una solución de cloruro de zinc y cloruro de amonio 1:1 en la que se colocaron las piezas durante 5 min.

Para determinar los parámetros más adecuados para la generación del aluminizado, se efectuaron corridas a tres diferentes temperaturas (750, 800 y 850 °C), y se emplearon varios tiempos de inmersión de las probetas en el aluminio fundido (entre 2 y 15 minutos), con lo que se determinó, luego de llevar a cabo una inspección visual en la que se valoró, particularmente, el acabado superficial, que el tiempo y temperatura más apropiados para lograr un recubrimiento de calidad adecuada fuesen:

- Tiempo de inmersión: 5 minutos.
- Temperatura de inmersión: 800 °C.

Posteriormente, las piezas fueron enfriadas al aire. Como tratamientos posteriores al proceso de AIC, se usaron diversas variantes de post procesamiento que incluyen las siguientes:

- Enfriamiento al aire hasta temperatura ambiente.
- Tratamiento térmico (recocido a 550 °C, 1 y 2 horas de duración).
- Laminación (20 y 40% de reducción del espesor, en dos etapas).

Las diferentes condiciones aplicadas se muestran en detalle en la tabla 1.

**Tabla 1:** Resumen de procesos termomecánicos post proceso aplicados a probetas de acero AISI 1018 recubierto mediante AIC, Temperatura 800°C, tiempo de inmersión: 5 minutos, enfriamiento al aire.

Condición de probetas	Temperatura de Recocido	Laminación (% de	Tiempo de Recocido
	(°C)	reduccion)	(horas)
1	-	-	-
2	550	-	1
3	550	-	2
4	-	20	-
5	-	40	-
6	550	20	2
7	550	40	2

*Recocido*. El periodo de tiempo de recocido fue de 1 y 2 horas en un horno Lindbergh, a 550°C, enfriamiento lento, mediante el apagado del horno.

*Laminación.* La laminación fue aplicada con la finalidad de evaluar, en primera instancia, el nivel de conformabilidad de las piezas aluminizadas por inmersión en caliente. La laminación se realizó a 300°C, en una laminadora experimental Hille, usando una velocidad de laminación de 10 pies/min y con un precalentamiento de las probetas a 550°C, durante un periodo de 15 minutos. Los porcentajes de reducción del espesor empleados fueron los siguientes:

- 20% de reducción.
- 40% de reducción (en dos etapas de 20% cada una).

Laminación y recocido. En algunas probetas se aplicó una combinación de laminación al 20 y 40% de reducción del espesor, y posteriormente un recocido a 550°C (1 y 2 horas), con la finalidad de determinar si el recocido posterior a la laminación puede modificar los posibles efectos de la deformación, a la vez de homogeneizar la microestructura. Las probetas obtenidas se evaluaron, asimismo, en lo relativo a su resistencia a la corrosión y su capacidad de deformación, como se describe en los siguientes apartados. Las muestras recubiertas fueron caracterizadas mediante microscopía electrónica de barrido, microanálisis en diferentes áreas de los recubrimientos, microdureza, también en diversas zonas de los revestimientos, ensayos electroquímicos de polarización para evaluar el efecto del AIC en la resistencia a la corrosión en una solución de cloruro de sodio y ensayos para obtener el diagrama límite de conformado (DLC) de las muestras luego del AIC y de los diferentes tratamientos postproceso que se aplicaron.

Las muestras aluminizadas por inmersión en caliente se prepararon para su observación en el microscopio electrónico de barrido (MEB) mediante corte transversal y posterior preparación metalográfica habitual de lijado (hasta lija 1000) y pulido con alúmina de 0.3 y 0.05  $\mu$ m, y se efectuó la observación en un microscopio electrónico de barrido Philips XL20, con el que también, mediante la microsonda, se realizó el análisis químico de las muestras revestidas en la zona más superficial, en la parte intermedia y en la sección aledaña al sustrato de acero de bajo carbono.

Los valores de microdureza de los recubrimientos se determinaron empleando para ello un microdurómetro Vickers marca Leitz, Wetzlar Germany 8068, con una carga de 100 g, realizando, al menos, diez indentaciones en cada una de las zonas de los recubrimientos caracterizadas.

Con la finalidad de evaluar el comportamiento a la corrosión de las muestras AIC se aplicaron ensayos electroquímicos de polarización a lo largo de 3 días, a probetas de acero AISI 1018 sin recubrimiento y a piezas aluminizadas por inmersión en caliente. Para ello se montaron 3 probetas de las piezas sin revestir y de las aluminizadas, dentro de una celda electroquímica empleándose una solución de NaCl al 3.5 % (en peso), en agua, utilizándose como electrodo auxiliar el grafito y como electrodo de referencia calomel saturado. El equipo empleado fue un potenciostato PGP201 de Radiometer Copenhagen conectado a una computadora personal, con potencial máximo de salida de +/-4,095 V, con resolución de 1 mV.

Adicionalmente, se realizaron pruebas a láminas de acero AISI 1018 aluminizadas por inmersión en caliente, para evaluar sus características mecánicas y determinar su diagrama de conformabilidad límite (DCL). Para obtener este tipo de diagrama, se empleó un método de grabado electroquímico para generar un mallado circular y se realizaron pruebas de tracción uniaxial y de embutido mediante el ensayo Erichsen en una máquina universal de pruebas mecánicas servohidraúlica marca Instron model 1331.

Los parámetros utilizados en el ensayo de tracción fueron tomados de la norma ASTM E8/E8M 22. La velocidad del marco de carga fue de 10 mm/min y las pruebas se realizaron a temperatura ambiente y a 250°C y 350°C. El ensayo de embutido Erichsen: fue realizado también a temperatura ambiente, así como a 250 y 350°C con los siguientes parámetros: carga 100 KN; rango de la velocidad del marco de carga:  $8.5 \times 10^{-5}$  a 846.6 mm/min, deflexión del marco de carga: 0.16764 mm. A partir de los datos aportados por estos ensayos, se empleó una técnica para medir la deformación en la malla por efecto de los esfuerzos de tracción y los de embutido y obtener información acerca de las respuestas mecánicas de los recubrimientos.

#### 3. Presentación y Discusión de Resultados

La figura 2 muestra el aspecto típico de un acero de bajo carbono aluminizado por inmersión en caliente, tal como se observa después de realizar el proceso, sin ningún postratamiento, en el que se distinguen claramente una zona externa, (denominada zona del recubrimiento) con un contenido elevado de Al (como se podrá corroborar más adelante con ayuda de los resultados de microanálisis), una zona intermedia, donde se localizan fases intermetálicas Fe-Al y en la parte inferior de la imagen, la zona donde se observa la microestructura del metal base, que, dado que se trata de acero de bajo carbono, las fases presentes son: mayoritariamente ferrita y en menor proporción el eutectoide perlita. También se distinguen grietas en la zona de las fases intermetálicas, asociadas, muy probablemente, como se discutirá más adelante, con fases Fe-Al de elevada dureza y de comportamiento frágil.



**Figura 2:** Micrografía de la sección transversal de la probeta de acero AISI 1018 aluminizada por inmersión en caliente. El espesor, poco mayor a 100  $\mu$ m, presenta las zonas típicas de este tipo de recubrimientos: una zona externa rica en Al, una zona aledaña al sustrato con presencia de intermetálicos FeAl y la evidencia de grietas multidireccionales y la presencia del sustrato. BSE 300X

En las Tablas II, III y IV y las figuras 3, 4 y 5 se presentan los resultados y los espectros obtenidos, provenientes de los análisis químicos puntuales de un acero aluminizado por inmersión en caliente, sin tratamiento termomecánico posterior, en la zona más externa, la zona intermedia y la del acero base. Ello permite corroborar como la zona externa es alta en contenido de Al, en la intermedia, que representa la zona donde se encuentran las posibles fases intermedias FeAl, se encuentran balanceados los contenidos de Fe y Al y en la zona del sustrato de acero, predomina la presencia de Fe, acorde con la composición típica esperable del acero 1018

**Tabla II:** Composición química de la zona más externa del recubrimiento mediante AIC del acero 1018.

Elemento	%Peso	% Atómico
Al	95.86	97.58
Si	0.59	0.6
Mn	0.17	0.09
Fe	3.38	1.73
Total	100	100



**Figura 3:** Espectro de la zona más externa del acero 1018 recubierto mediante AIC, de alto contenido de aluminio.

**Tabla III:** Composición química de la zona intermedia del recubrimiento mediante AIC del acero 1018, donde predomina la presencia de fases intermetálicas Fe - Al.

Elemento	%Peso	% Atómico
Al	53.79	69.9
Si	0.20	0.25
Mn	0.44	0.29
Fe	45.57	29.56
Total	100	100



**Figura 4:** Espectro de la zona intermedia del acero 1018 recubierto mediante AIC, donde se localizan las fases intermetálicas Fe - Al.

**Tabla IV**: Composición química del sustrato de acero 1018, que es acorde a la composición típica de este tipo de aceros.

Elemento	%Peso	% Atómico
Al	0	0
Si	0.31	0.26
Mn	0.79	0.81
Fe	98.9	98.93
Total	100	100





**Figura 5:** Espectro del sustrato de acero 1018, que resulta acorde a lo que indican las especificaciones para este tipo de aceros. No aparece el contenido de C, en razón de que la microsonda empleada no tiene la sensibilidad suficiente para detectar este elemento.

De acuerdo a los resultados del microanálisis químico y lo que se presenta en la Tabla V, se espera que el recubrimiento, en su zona intermedia, muestre la presencia de la fase intermetálica  $Fe_2Al_5 y$ quizá, en alguna proporción, de FeAl<sub>3</sub>, lo que también estaría asociado a la mayor posibilidad de formación que estos 2 compuestos intermetálicos Fe-Al presentan, en razón de su menor energía libre de formación, (Cheng et al, 2011; Liberski et al, 2008; Pratim et al, 2023; Sasaki et al, 2005). Conviene añadir que, dado que el acero 1018 es de bajo contenido de carbono, es predominante la presencia de ferrita, en la cual, los procesos de difusión del aluminio, especialmente, pueden ocurrir en mayor proporción y facilitar también la formación tanto de Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> como de FeAl<sub>3</sub>. (Pratim et al, 2023; Sasaki et al, 2005).

**Tabla V:** Rangos de composición de las fases intermetálicas Fe-Al más comunes [adaptado de Basariya et al,2018]

Fases	Estructura	Rango de
	Cristalina	estabilidad (% en
		peso)
FeAl	Cúbica centrada	12.8 a 37
	en el cuerpo	
Fe <sub>3</sub> Al	DO3	13 a 20
Ec A1	Trialínias	19 0 10 5
reAl <sub>2</sub>	Inclinica	40 a 49.3
Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub>	Ortorrómbica	53 a 57
FeAl <sub>3</sub>	Monoclínica	58.5 a 61.3

La Tabla VI y la figura 6 presentan los valores de los espesores y de la microdureza (en las diferentes zonas de los revestimientos) mostrados por las probetas aluminizadas por inmersión en caliente y sometidas a diferentes tratamientos termomecánicos posteriores. En términos generales, la variación mostrada para el caso de la zona más externa de los revestimientos, más rica en Al, es muy ligera, en relación con los diferentes tratamientos termomecánicos aplicados, en lo que respecta a posibles modificaciones en sus características mecánicas, lo que, se postula, estaría ligado a que predomina en la respuesta, la elevada capacidad de deformación del aluminio.

**Tabla VI:** Microdureza y espesores de las diversas zonas de las piezas de acero AISI 1018 AIC sometidas a diferentes tratamientos termomecánicos posteriores.

Condición de la	Zona del	Espesor de	Microdureza
probeta	Recubrimiento	zona (µm)	Vickers (HV)
Solo AlC	Metal Base	0	130
Solo AlC	Intermetálicos	40	204
Solo AlC	Recubrimiento	123	48
Recocido 1 hr	Metal Base	0	116
Recocido 1 hr	Intermetálicos	58	280
Recocido 1 hr	Recubrimiento	110	48
Recocido 2 hrs	Metal Base	0	98
Recocido 2 hrs	Intermetálicos	77	344
Recocido 2 hrs	Recubrimiento	57	44
Laminación 20%	Metal Base	0	178
Laminación 20%	Intermetálicos	56	298
Laminación 20%	Recubrimiento	80	47
Laminación 40%	Metal Base	0	220
Laminación 40%	Intermetálicos	52	317
Laminación 40%	Recubrimiento	84	54
Lam. 20% Rec. 2 hrs	Metal Base	0	162
Lam. 20% Rec. 2 hrs	Intermetálicos	60	261
Lam. 20% Rec. 2 hrs	Recubrimiento	72	38
Lam. 40% Rec 2 hrs	Metal Base	0	180
Lam. 40% Rec 2 hrs	Intermetálicos	64	306
Lam. 40% Rec 2 hrs	Recubrimiento	40	34

Microdureza y espesores de probetas de acero AISI 1018 AIC sometidas a diferentes tratamientos termomecánicos



Donde: MB - Metal Base IM - Intermetálicos R - Recubrimiento

**Figura 6:** Representación gráfica de las modificaciones de microdureza y espesores de probetas de acero AISI 1018 AIC que han sido sometidos a diferentes tratamientos termomecánicos posteriores.

En lo referente a los recocidos a 550°C, durante 1 y 2 horas se presenta una tendencia a la disminución del espesor de esta zona, lo que se asocia a los fenómenos de difusión predominante del Al y la posible formación, consecuencia de ello, de una mayor cantidad de fases intermetálicas Fe-Al.

En cuanto al sustrato, el acero 1018 responde de modo convencional en el sentido de que, inicialmente los procesos de recocido a 550°C provocan una disminución de la microdureza mayor, como podría esperarse, en el caso del tiempo de recocido de 2 horas, respecto al de una hora.

Posteriormente, la aplicación de laminación a 300°C, lo que significa un proceso, fundamentalmente de laminación en frío, provoca un aumento de dureza, en mayor medida, congruentemente, en el acero laminado con reducción de espesor del 40%, respecto al que se ha deformado 20% en la propia reducción del espesor. Finalmente, dado que el tratamiento de recocido aplicado es el mismo para ambos porcentajes de deformación previa en frío, la disminución de la microdureza lleva a valores menores en el caso de la muestra reducida 20%, respecto a la de 40%.

Las modificaciones de mayor interés ocurren en la región de las fases intermetálicas de los recubrimientos, luego de la aplicación de los diversos tratamientos termomecánicos posteriores al AIC.

En las piezas revestidas y sólo recocidas, se presenta una tendencia al aumento del espesor de la zona, producto de los procesos de difusión y la formación y, por ende, la presencia, de una mayor cantidad de fases intermetálicas Fe -Al. Se propone que estos procesos de recocido pueden generar un incremento de la presencia de las fases  $Fe_2Al_5$  y  $FeAl_3$ , la que se daría, en mayor medida, con un tiempo de recocido más largo, lo que, a su vez, explicaría el incremento de la microdureza de esta región.

En lo que se refiere a la aplicación de los procesos de laminación a 300°C, 20 y 40% de porcentaje de reducción del espesor, no se observa un cambio muy significativo en microdureza de la zona. Ello se considera ligado a que la respuesta integral del recubrimiento es la del conjunto Zona rica en Al (mas deformable y quien mayormente produce la respuesta del conjunto) - zona de fases intermetálicas, menos deformable, con menor participación en el proceso de deformación, y ello no cambia, en la respuesta global, de manera sustancial, la respuesta mecánica. En párrafos adelante, se revisará, desde el punto de vista de los ensayos mecánicos, este planteamiento.

La aplicación de recocidos de dos horas a 550°C, a las piezas previamente deformadas a 300°C, conlleva la posterior modificación de la microdureza de esta sección de los recubrimientos como producto, básicamente, de los fenómenos de

ablandamiento que acompañan a este tipo de tratamientos térmicos, y consecuentemente, a los recubrimientos. Dado que el recocido es el mismo para los laminados 20 y 40% de reducción, ello provoca que, en esa zona, el de mayor porcentaje de deformación previa, presente mayor dureza.

La Tabla VII, producto del microanálisis químico de las probetas sometidas a los diferentes tratamientos termomecánicos posteriores, muestra ejemplos de cómo, en el caso del incremento de las microdurezas mencionadas previamente, muy probablemente, están relacionadas con la presencia de las fases Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>, FeAl<sub>3</sub> y FeAl<sub>2</sub>, que, en diferentes proporciones, en cada sección y condición de postratamiento, configuran la microdureza resultante final en cada condición de tratamiento, lo que se puede confirmar con la información de la propia Tabla VII.

**Tabla VII:** Resultados de microanálisis químico de probetas de acero AISI 1018 recubierto mediante AIC y sometidas a diversos tratamientos termomecánicos posteriores y posibles fases presentes

Al % en peso	Fase probable presente
53.79	Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub>
60.16	FeAl <sub>3</sub>
48.50	$FeAl_2$
54.93	$Fe_2Al_5$
57.37	$Fe_2Al_5$
	Al % en peso 53.79 60.16 48.50 54.93 57.37

La figura 7 corresponde al acero AISI 1018 aluminizado por inmersión en caliente y posteriormente recocido 2 horas a 550°C, en la que se puede percibir la presencia de grietas y como, producto de la difusión, predominantemente de aluminio, el revestimiento adquiere una orientación de crecimiento en el sentido transversal al propio recubrimiento



**Figura 7:** Micrografía de MEB de un recubrimiento obtenido mediante aluminizado por inmersión en caliente de un acero 1018 y posteriormente recocido a 550°C, 2 horas. Se destaca la presencia de grietas y el crecimiento preferencial, en sentido transversal, del revestimiento. BSE 300X.

En la figura 8 se muestra una imagen de MEB de una probeta de acero 1018 AIC y posteriormente laminada 40% a 300°C. Es claro como la zona de las fases intermetálicas presenta evidencias de un comportamiento frágil, lo cual se considera asociado a la presencia de fases como Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> y FeAl<sub>3</sub>.



**Figura 8:** Micrografía de acero 1018 recubierto mediante AIC y posteriormente laminado (40%) a 300°C, mostrando la presencia de grietas que se presentan de modo predominante en la zona del intermetálico, y poros, sobre todo en la superficie. BSE 300X.

En la figura 9 se puede observar una micrografía de un acero 1018 recubierto mediante AIC, posteriormente laminado 40% a 300°C y luego sometida a un recocido a 550°C, durante 2 horas. En ella se destaca la presencia de grietas en varias direcciones. En principio, el efecto del recocido, en lo referente a la microestructura proveniente de la laminación, no parece generar una modificación sustancial al aspecto del recubrimiento, probablemente debido a que la afectación provocada por el 40% de deformación previa en la laminación requiriese un recocido de mayor duración y temperatura, para lograr un cambio significativo.



**Figura 9:** Micrografía de probeta de acero 1018 aluminizada por inmersión en caliente, laminada 40% y recocida 2 horas a 550°C. Se encuentran grietas, en varias direcciones y tamaños, a lo largo de toda la zona, ocasionadas por la laminación. BSE 600X.

La figura 10 presenta un ejemplo del aspecto de las probetas empleadas para los ensayos de tracción y embutido, que sirven como punto de partida para obtener las curvas límite de conformabilidad de las muestras aluminizadas por inmersión en caliente, resultados que se discutirán a continuación.



**Figura 10:** Ejemplo de probetas que han sido sometidas a ensayos de embutido y de tracción a fin de obtener el diagrama límite de conformado (DCL).

La tabla VIII muestra las áreas bajo la curva límite, en cada uno de los diagramas límites de conformabilidad (DCL), del acero 1018 AIC y sometido a los ensayos mecánicos de tracción y embutido a temperatura ambiente, 250 y 350°C. Son el resultado de integrar las ecuaciones de la curva límite de cada lámina recubierta con aluminio, en su intervalo correspondiente, y restarle el área bajo la recta  $e_1=e_2$  en dicho intervalo (por definición en esta área no pueden existir estados de deformación). Las figuras 11, 12 y 13 presentan los correspondientes diagramas de conformación límite (DCL), generados a partir de la información de los ensayos respectivos.

Tabla VIII: Comparativa del área bajo la curva límite de los DCL

Descripción	Área	e <sub>2</sub> inferior	e <sub>2</sub> superior	
Acero 1018 AIC y laminado a temperatura ambiente	438.53	-15	33	
Acero 1018 AIC y ensayado a 250°C	611.74	-17	24	
Acero 1018 AIC y ensayado a 350°C	1331.16	-17	47	

El área bajo la curva límite permite evaluar, con mayor utilidad práctica, la conformabilidad de las láminas recubiertas. Es el parámetro apropiado para hacer consideraciones, cuantitativas y cualitativas, referentes a los distintos estados de deformación (embutido, tracción) a que puede ser sometido el material durante la manufactura de productos específicos.

Así, en una consideración general, es válido afirmar que las láminas aluminizadas y deformadas a 350°C superan a las otras en conformabilidad ya que el área bajo la curva y la amplitud del intervalo son mayores (comparar figuras 11, 12 y 13).

Se puede afirmar que, tratándose de estados de deformación producto de esfuerzos de tracción (zona a la izquierda del eje vertical, en el diagrama comparativo), la lámina recubierta mediante AIC deformada a 350°C superará a las otras en su capacidad para soportar, sin falla, deformaciones relativas o porcentuales (e<sub>1</sub>) mayores, y que, análogamente, en la zona de estados de deformación producidos en condiciones de embutido (a la derecha del eje vertical) este material tiene mayor capacidad de deformación que los demás recubrimientos.

Así pues, comparando los resultados de los tres parámetros utilizados (la deformación máxima promedio en el ensayo de tracción, la profundidad de la copa Erichsen y el área bajo la curva límite de los DCL), resulta que las probetas recubiertas con aluminio y deformadas a 350°C son las que ofrecen las mejores condiciones de deformación, por lo que se recomendaría dicha temperatura como la más adecuada cuando se requiera una deformación posterior al recubrimiento.



**Figura 11:** DCL de acero 1018 recubierto mediante AIC obtenido a partir de ensayos de tracción y embutido realizados a temperatura ambiente.



**Figura 12:** DCL de acero 1018 recubierto mediante AIC obtenido a partir de ensayos de tracción y embutido realizados a 250°C.



**Figura 13:** DCL de acero 1018 recubierto mediante AIC obtenido a partir de ensayos de tracción y embutido realizados a 350°C.

Por otro lado, en lo relativo a su resistencia a la corrosión, la capacidad de protección del recubrimiento de aluminizado por

inmersión en caliente aplicado sobre acero de bajo contenido de carbono, fue evaluada a través del cálculo de la velocidad de corrosión, Figura 14, la cual fue obtenida a partir de los datos aportados por las curvas de polarización potenciodinámica (material suplementario). Las muestras fueron sumergidas de forma constante en el medio corrosivo, (solución de cloruro de sodio), durante 100 h.

Las muestras aluminizadas por inmersión en caliente, presentan menor velocidad de corrosión durante todo el ensayo, respecto a las no revestidas. Este tipo de recubrimiento protege de manera efectiva al sustrato metálico disminuyendo la velocidad de corrosión aproximadamente 2.3 veces en comparación con la del sustrato de acero 1018 sin recubrimiento, lo cual se considera asociado a la formación de una capa pasiva de óxido de aluminio, como se ha planteado en otros trabajos previos. (Lee et al, 2017), (Pratim, 2023).



**Figura 14:** Velocidad de corrosión de muestras de acero 1018 sin recubrir y aluminizadas por inmersión en caliente, sumergidas en una solución de 3.5 % NaCl.

#### 4. Conclusiones

En términos generales, la aplicación de tratamientos termomecánicos posteriores al aluminizado por inmersión en caliente, promueve la difusión, especialmente del aluminio y la formación, en mayor cantidad, de los compuestos intermetálicos, particularmente Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> y FeAl<sub>3</sub>, que siendo de carácter frágil, reducen la conformabilidad de los recubrimientos.

La formación de compuestos intermetálicos Al-Fe en los aceros aluminizados por inmersión en caliente, resulta determinante, especialmente en lo relativo al comportamiento mecánico de los propios recubrimientos, por lo que el control de los mecanismos de generación de dichos revestimientos se vuelve imprescindible para acrecentar las aplicaciones y la calidad de los recubrimientos.

La resistencia a la corrosión de las piezas aluminizadas por inmersión en caliente, en presencia de cloruros, es mayor que las del acero 1018 sin revestimiento, con lo cual este procedimiento es recomendable para medios corrosivos más agresivos y condiciones más severas, en las cuales otros procesos por inmersión en caliente, presentan limitaciones

Los resultados mostrados en este trabajo permiten vislumbrar posibles aplicaciones del proceso de aluminizado por inmersión en caliente de aceros de bajo carbono, en equipos donde se requiere resistencia a la corrosión a temperaturas elevadas y ante medios de alta agresividad. Algunas posibles aplicaciones propuestas son: intercambiadores de calor, equipos de aire acondicionado, tuberías para disposición de agua contaminada, o equipos en ambientes con alto contenido de azufre (Lee et al, 2017), entre otros. Cabe señalar, sin embargo, que limitaciones en cuanto a su baja dureza y costos mayores a los de otros procesos, pueden ser limitantes a considerar para sus posibles aplicaciones.

#### Referencias

- Ali M., Hahn J. Bok D. (2019). Corrosion of Hot-dip Aluminized 9Cr-1Mo Steel in N<sub>2</sub>/0.1%H<sub>2</sub>S Gas. Korean J. Met. Mater. 57, 4, 236-244. DOI: 10.3365/KJMM.2019.57.4.236
- ASTM E8 / E8M-16a, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016, www.astm.org
- Bangukira M. (2012). Aluminizing of plain carbon steel. Effect of temperature on coating and alloy phase morphology at constant holding time. Master Thesis. Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, Noruega.
- Basariya, M. I. R., Mukhopadhyay, N. K. (2018). Structural and Mechanical Behaviour of Al-Fe Intermetallics. InTech, Londres, Reino Unido. DOI: 10.5772/intechopen.73944
- Bhat U., Huilgol P., Joseph J. (2013) Aluminising of Mild Steel Plates. ISRN Metallurgy. Vol. 2013, 1-6. DOI: 10.1155/2013/191723.
- Cervantes J., Barba A., Hernández M., Salas J., Espinoza J., Dénova C. Torres-Villaseñor G., Conde A., Covelo A., Valdez R. (2013). Obtención y caracterización de recubrimientos Zn-Al-Cu por inmersión en caliente sobre aceros de bajo carbono. Revista de Metalurgia. Vol. 49, 5, 161-169. DOI: 10.3989/revmetalm.1316
- Cheng W., Wang C. (2011). Study of microstructure and phase evolution of hot-dipped aluminide mild steel during high-temperature diffusion using electron backscatter diffraction. Applied Surface Science. Vol. 257, 10, 4663-4668. DOI: https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.12.118.
- Ciuffini A., Barella S., Di Cecca C., Gruttadauria A., Mombelli D., Mapelli C. (2017) Hot-Dip Aluminizing on AISI F55–UNS S32760 Super Duplex Stainless Steel Properties: Effect of Thermal Treatments. Metals 7, 525; DOI: 10.3390/met7120525.
- Frutos E., González–Carrasco J. L., Capdevila C, Jiménez J., Houbaert Y. (2009). Development of hard intermetallic coatings on austenitic stainless steel by hot dipping in an Al–Si alloy. Surface and Coatings Technology, Vol. 203, 19, 2916-2920.
  - DOI: https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.03.015
- González-Parra R., Barba-Pingarrón A., Valdez- Navarro R., Covelo Villar A., Hernández-Gallegos M., Cervantes-Cabello J. (2021). Enhancement of Corrosion Resistance of Hot-Dip Galvanized Carbon Steel by Low Amount of Ni Addition. Proceedings of the International Conference on Industrial Engineering and Operations Management. Monterrey, México, 522-530.
- Huilgol P., Bhat S., Udaya K. (2013). Hot-Dip Aluminizing of Low Carbon Steel Using Al-7Si-2Cu Alloy Baths. Journal of Coatings. Vol. 2013, 1-6. DOI: 10.1155/2013/180740
- Lee D., Abro, W., Lee K., Abro M. (2017) Corrosion of Carbon Steel with and without Aluminized Coating in (O, S, H)-containing Gases at 500-800°C. J. Korean Inst. Surf. Eng. Vol. 50, 2, 85-90. DOI: 10.5695/JKISE.2017.50.2.85
- Leonard R.W. (2003) Continuous Hot Dip Coatings, Corrosion: fundamentals, testing, and protection. In: Cramer S., Covino B. (Ed.), Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection. ASM International, Ohio, Estados Unidos. Vol. 13A, 786–793.
- Liberski P, Gierek A., Kania H., Podolski P., Tatarek A. (2008) Formation of coatings from a liquid phase on the surface of iron-base alloys. Archives of Foundry Engineering. Vol. 8, 4, 93-98.
- Mola R., Bucki T., Wcisło K. (2014). Characterization of Coatings on Grey Cast Iron Fabricated by Hot-dipping in Pure Al, AlSi11 and AITi5 Alloys. Archives of Foundry Engineering. Vol. 14, 1, 85-90. DOI: 10.2478/afe-2014-0020
- Pratim P., Sahu S., Sakha P., Ghosh M. (2023). A review on metallurgical features of hot-dip aluminized steel. Eng. Res. Express. Vol. 5, 1, 1-38. DOI: 10.1088/2631-8695/acb902
- Sasaki, T. Yakou T., Mochiduki K., Ichinose K. (2005). Effects of Carbon Contents in Steels on Alloy Layer Growth during Hot-dip Aluminum Coatin. ISIJ International. Vol. 45, 12, 1887-1892. DOI: 10.2355/isijinternational.45.1887