



Universidad Autónoma de San Luis Potosí

Instituto de Metalurgia

Centro de Investigación y Estudios de Posgrado

**MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MAGNÉTICAS DE ACEROS
ELÉCTRICOS NO ORIENTADOS PROCESADOS MEDIANTE DOS
RUTAS DE PROCESAMIENTO ALTERNATIVAS**

T E S I S

Que para obtener el grado de
Maestro en Metalurgia e Ingeniería de Materiales

Presenta

IQMyM. Carlos Noel Palafox Cantú

Director de Tesis:

Dr. Emmanuel José Gutiérrez Castañeda

San Luis Potosí, S.L.P

Enero 2018



DEDICATORIA

A mi Mamá

Leticia Alma Cantú González

y a mi Hermana

Noelia Leticia Palafox Cantú,

por siempre

estar aconsejándome

y apoyándome en todo

lo que me propongo.

AGRADECIMIENTOS

A Dios por protegerme en todo momento en mi estadía en San Luis Potosí.

A mi asesor de tesis, Dr. Emmanuel José Gutiérrez Castañeda, gracias por todos los consejos, recomendaciones, pláticas, en fin, por todo el tiempo que me dedicó para realizar la tesis.

A mis revisores de tesis, Dr. Rogelio Deaquino Lara y Dr. Salvador Antonio Palomares Sánchez por su presencia en todas mis evaluaciones, por todas las correcciones y recomendaciones que me hicieron para realizar la tesis.

Al CONACYT por la beca otorgada para mis estudios de maestría CVU/Becario: 711675/418628.

A la Comisión de Investigación y Desarrollo Tecnológico (CIDT) y a la Secretaría de Investigación y Posgrado (SIP) por el Fondo de Apoyo a la Investigación (FAI-UASLP-2016) a través del convenio C16-FAI-09-62.62.

Al CINVESTAV-Saltillo por las facilidades brindadas para la realización de una parte del trabajo experimental de este proyecto. En especial al Dr. Armando Salinas Rodríguez, Dr. Rogelio Deaquino Lara y M.C Socorro García Guillermo, por su disponibilidad y asistencia técnica para las pruebas de laminación y determinación de la composición química.

Al Dr. Horacio Flores Zúñiga (IPYCYT) por las facilidades brindadas para la medición de las propiedades magnéticas.

A mis amigos de Monclova, por siempre preguntarme sobre el avance de la tesis y que cuando terminaba.

A mis compañeros de generación en la maestría a los que considero mis amigos por todo el tiempo que estuvimos juntos haciendo tarea y divirtiéndonos en los primeros semestres.

A mis compañeros de cubículo, al pasar mucho más tiempo juntos los considero más que amigos, en especial a Lorena Hernández Hernández y Mercedes

Ibarra Meléndez las cuales las pongo por orden alfabético para eliminar favoritismos ya que se convirtieron en grandes amigas en San Luis Potosí.

Al pastor Homero García y toda la congregación de Santuario de Avivamiento de Monclova-Coahuila por sus oraciones durante mi estadía en San Luis Potosí.

Al técnico Alfredo Ruiz Prado por toda su disponibilidad y apoyo en el laboratorio de metalografía.

Al M.C. Antonio Alberto Torres Castillo por su ayuda en el Microscopio Electrónico de Barrido y hacer las sesiones de MEB no solo muy educativas sino también muy divertidas.



RESUMEN.

La energía eléctrica es una preocupación mundial en términos de fuentes disponibles, impacto ambiental y económico. Por lo tanto, existe la necesidad de desarrollar nuevos materiales y/o tecnologías que permitan hacer más eficiente su uso.

Los aceros eléctricos juegan un papel importante en el sistema de la electricidad incluyendo su generación, distribución y consumo. Por esta razón, son considerados como uno de los materiales magnéticos más importantes que se producen en la actualidad. Los aceros eléctricos de grano no orientado (GNO) son utilizados para la manufactura de núcleos de aparatos eléctricos. Para estas aplicaciones se requieren bajas pérdidas de energía y alta permeabilidad. Estas propiedades pueden optimizarse mediante la reducción del contenido de carbono y la obtención de un tamaño de grano óptimo.

Estos materiales pueden ser ecológicos cuando se producen las características microestructurales mencionadas, ya que contribuyen a hacer más eficiente el uso de la energía eléctrica. Sin embargo, cuando la microestructura requerida no se produce durante su fabricación estos materiales actúan como una fuente de vibración (ruido) y de calor.

La ruta de procesamiento típica para la fabricación de estos aceros involucra una serie de etapas como colada continua, laminación en caliente, laminación en frío, recocido intermedio, deformación plástica adicional y un recocido de decarburación final. La finalidad de este último es disminuir el contenido de carbono al nivel más bajo posible y ajustar el tamaño de grano, con lo cual se puede optimizar el comportamiento magnético de estos materiales. Generalmente, el recocido de decarburación se realiza a temperaturas por debajo de la temperatura crítica de transformación de fase Ac_1 por tiempos mayores a 16 h, lo cual implica altos costos de procesamiento y consecuentemente altos costos del producto final.

En el presente trabajo de investigación se investigó la factibilidad metalúrgica para la fabricación de láminas de aceros eléctricos GNO mediante dos rutas de procesamiento distintas. En la primera, el material laminado en caliente, es sometido a un recocido



intercrítico a 850°C durante 3 h. En la segunda ruta alternativa, el material laminado en caliente fue sometido a una reducción en espesor del 15% seguido de un recocido a 850°C por 3 h.

Posteriormente, los aceros fueron procesados mediante laminación en frío hasta un espesor similar al obtenido en la ruta convencional, y sometidos a un recocido final. A diferencia del método típico, la decarburación y el crecimiento de grano, se realizan antes del proceso de laminación en frío.

La reducción en el contenido de carbono es alrededor de 80% y 74%, cuando el acero es sometido a recocido (850°C, 180 min) y 15% de reducción en espesor + recocido (850°C, 180 min), respectivamente. Adicionalmente, en el primer caso, el tamaño de grano se incrementa de 10 μm a 400 μm , mientras que en el segundo caso de 10 μm a 77 μm .

Estos cambios en la composición química y en la microestructura del material de llegada, causan cambios importantes en la cinética de recristalización, crecimiento de grano y propiedades magnéticas del producto final.

La disminución en la cantidad de carburos, el contenido de carbono en solución y el incremento en el tamaño de grano antes de la laminación en frío, causan una mejora considerable en el comportamiento magnético del producto final. Las muestras sometidas a recocido intercrítico durante 180 min (a 850°C) exhiben valores de coercitividad (44%), remanencia (60%) y pérdidas de energía (77%) más bajos, que los observados en muestras procesadas mediante la ruta convencional, cuando se comparan después de la etapa de crecimiento de grano.

Desde el punto de vista científico y tecnológico, la fabricación de aceros eléctricos GNO mediante las rutas de procesamiento propuestas, pudiera ser una alternativa atractiva si se considera el incremento en la productividad y la disminución en las pérdidas de energía.



ABSTRACT.

Electrical energy in all its facets has become of great concern worldwide for environmental and economic reasons. Therefore, there is a need to develop new materials and/or technologies that make more efficient its use.

Electric steels play an important role in the energy system including its generation, distribution and consumption. For this reason, they are considered as one of the most important among the magnetic materials produced today. Grain non-oriented electrical steels (GNO) are used for the manufacture of cores of electrical equipment. For these applications, low energy losses and high permeability are required. These properties can be optimized by minimizing the carbon content and with an optimum grain size.

If the microstructural features mentioned above are obtained during the steel processing, they can be considered as eco-materials since they contribute to make the use of electrical energy more efficient. However, when the required microstructure is not produced during the steel manufacture, these materials act as a source of vibration (noise) and heat.

Typical processing of these steels involves several steps such as continuous casting, hot-rolling, cold-rolling, intermediate annealing, temper-rolling and a final decarburization annealing. The main objective of the latter is to reduce the carbon content to the lowest possible level and adjust the grain size, by which the magnetic behavior of these materials can be optimized. Generally, decarburization annealing is carried out at temperatures below the critical transformation temperature, A_{c1} , for times longer than 16 h, which implies high processing costs and consequently high costs of the final product.

In the present research, it was investigated the metallurgical feasibility for the manufacture of GNO electrical steels sheets through two different processing routes. In one of them (route 1), the hot-rolled material was subjected to intercritical annealing at 850°C for 3 h. In the other (route 2), the hot-rolled material was subjected to a reduction in thickness of 15% followed by annealing at 850°C during 3 h. Steels were then cold rolled to achieved a thickness similar to that obtained in the conventional



route, and subjected to a final short term annealing. Contrary to the conventional method, decarburization and grain growth are carried out prior to cold-rolling.

Carbon content can be reduced up to about 80% and 74% when steel is subjected to annealing (850°C, 180 min) or 15% of thickness reduction + annealing (850°C, 180 min), respectively. Additionally, in the first case, the grain size is increased from 10 μm to 400 μm , while in the second case from 10 μm to 77 μm .

These changes in both chemical composition and microstructure of the as-received material, lead to significant changes on the kinetics of recrystallization and grain growth, and the magnetic properties of the final product.

The decrease in the amount of carbides and cocentration of carbon in solution, as well as the increase of grain size prior to cold rolling, cause a significant improvement of magnetic properties of the final product. Samples subjected to intercritical annealing during 180 min (at 850°C) exhibit lower values of coercivity (54%), remanence (60%) and core loss (77%), than those observed in samples processed by the conventional processing route, when they are compared after the stage of grain growth.

From a scientific and technological point of view, the manufacture of GNO electrical steels through the proposed processing routes, could be an attractive alternative considering the increase in productivity and the decrease in energy losses.



CONTENIDO

RESUMEN.....	i
ABSTRACT.....	iii
ÍNDICE DE TABLAS.....	viii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	viii
SIMBOLOGÍA Y ABREVIATURAS.....	xiv
Introducción.....	1
Justificación.....	3
Objetivo.....	4
Objetivos Específicos.....	4
CAPÍTULO I. Fabricación de aceros eléctricos de grano no orientado y factores que afectan su comportamiento magnético.....	5
1.1 Ruta de procesamiento convencional para la fabricación de aceros eléctricos de grano no orientado de bajo-C.....	6
1.2 Factores que afectan el comportamiento magnético de aceros eléctricos de grano no orientado.....	8
1.2.1 Composición química.....	9
1.2.2 Efecto del tamaño de grano.....	12
1.2.3 Textura cristalográfica.....	13
1.3 Métodos alternativos para la fabricación de aceros eléctricos de grano no orientado.....	15
1.3.1 Modificación de las características microestructurales de aceros eléctricos GNO laminados en caliente mediante recocido previo a la laminación en frío....	15
1.3.2 Deformación plástica y recocido intercrítico, realizados antes de la laminación en frío, para modificar la microestructura de aceros eléctricos GNO laminados en caliente.....	19



1.3.3 Tratamiento térmico de corta duración en aceros eléctricos no orientados de ultra bajo carbono antes de la laminación en frío.	23
CAPÍTULO II. Metodología para evaluar los cambios en la microestructura, el contenido de carbono y las propiedades magnéticas de aceros eléctricos no orientados en función de la ruta de procesamiento.	29
2.1 Metodología.	30
2.2 Técnicas de caracterización.....	35
2.2.1 Temperaturas de equilibrio de transformación de fase.....	35
2.2.2 Composición química.	35
2.2.3 Microestructura.....	37
2.2.3.1 Cinética de Recristalización.	40
2.2.3.2 Cinética de crecimiento de grano.....	40
2.2.4 Propiedades magnéticas.	42
CAPÍTULO III. Correlación entre la microestructura, contenido de carbono y propiedades magnéticas de aceros eléctricos no orientados sometidos a dos rutas de procesamiento alternativas.	43
3.1 Recocido previo a la laminación en frío.	44
3.1.1 Composición química.	44
3.1.2 Temperaturas de transición de fase.	46
3.1.3 Microestructura.....	49
3.2 Cambios en la microestructura causados por la laminación en frío.	53
3.3 Recristalización y crecimiento de grano durante el recocido final.....	57
3.3.1 Recristalización.....	57
3.3.2 Cinética de la recristalización.	64
3.3.3 Crecimiento de grano.	68
3.3.4 Cinética de crecimiento de grano.	75



3.4 Propiedades magnéticas	81
Conclusiones.....	95
Referencias.....	98



ÍNDICE DE TABLAS.

Tabla I-1. Composición química de aceros eléctricos GNO fabricados industrialmente (% peso) [25].....	7
Tabla I-2. Composición química del acero utilizado por E. Gutiérrez (% peso) [24]...	15
Tabla I-3. Composición química del acero utilizado por G. Hernández (% peso) [26].	19
Tabla I-4. Composición química del acero eléctrico GNO utilizado en este estudio (% peso) [47].	23
Tabla III-1. Composición química de los materiales de partida (% en peso).....	44
Tabla III-2. Constantes cinéticas de recristalización para las tres rutas de procesamiento investigadas.....	66
Tabla III-3. Constantes cinéticas de crecimiento de grano en el acero experimental.	80
Tabla III-4. Coercitividad y remanencia en función de la ruta de procesamiento.	87
Tabla III-5. Pérdidas de energía en función de la ruta y las condiciones de procesamiento ($T^* A/m$).	90

ÍNDICE DE FIGURAS.

Figura I-1. Microestructura del acero eléctrico en condición: a) semiprocesado y b) procesado [25].	7
Figura I-2. Influencia del diámetro del grano sobre las pérdidas de energía por histéresis, corrientes de eddy y totales [32].	9
Figura I-3. Efecto de los elementos de aleación sobre la resistividad del hierro [18].	10
Figura I-4. Relación en el contenido de carbono y las pérdidas de energía por histéresis en un hierro. Inducción = 1 T (10 kG) [18].....	12
Figura I-5. Efecto del tamaño de grano sobre las propiedades magnéticas de un hierro puro [18].....	13
Figura I-6. Efecto de la orientación cristalográfica sobre la magnetización en un acero Fe-Si [19].....	14
Figura I-7. Temperaturas críticas de transformación de fase en calentamiento continuo determinadas mediante dilatometría [24].	16



Figura I-8. Microestructuras del acero laminado en caliente después del recocido a diferentes temperaturas en un tiempo de 150 min: a) sin tratamiento térmico, b) 700 °C, c) 800°C, d) 850°C, e) 950°C y f) 1050°C [24].	17
Figura I-9. Efecto de la temperatura y el tiempo sobre el contenido de C en muestras recocidas a: A, 850°C; B, 800°C; C, 750°C; D, 900°C; E, 950°C; F, 700°C y G, 1050°C [24].	18
Figura I-10. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos no orientados laminados en caliente, con 0% de deformación plástica, recocidos a 850°C: a) 10 min, b) 60 min, c) 90 min, d) 120 min, e) 150 min, f) 180 min [26].	21
Figura I-11. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos no orientados laminados en caliente, con 15% de reducción en espesor y recocidos a 850°C: a) 10 min, b) 60 min, c) 90 min, d) 120 min, e) 150 min y f) 180 min [26].	22
Figura I-12. Mapas de Figuras de Polos Inversa en la DN del material laminado en caliente: a) SG y b) LG [47].	24
Figura I-13. Mapas de Figuras de polos inversa [001] de muestras SG (izquierda) y LG (derecha) después del recocido por 5 min: a, b) 700°C, c, d) 800°C y e, f) 900°C [47].	25
Figura I-14. Orientaciones ideales y fibras en la sección $\varphi_2=45^\circ$ de la ODF [47].	27
Figura I-15. Variación de las pérdidas de energía de las muestras SG y LG recocidas a 900°C [47].	27
Figura. II-1. Metodología utilizada para el desarrollo de este trabajo.	32
Figura II-2. a) Dimensiones del acero en condición de llegada, b) cortes para facilitar el manejo y c) muestras de 10 cm de largo x 2.5 cm de ancho utilizadas para el desarrollo de este trabajo.	33
Figura II-3. Muestras decapadas en solución de HCl al 10%: a) laminado en caliente, b) laminado en caliente + recocido a 850°C por 180 min y c) laminado en caliente + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C por 180 min.	33
Figura II-4. Muestras obtenidas después del proceso de laminación en frío.	33
Figura II-5. Molino de laboratorio HILLE Helicon MK4 utilizado para la deformación en frío de las muestras.	34



Figura II-6. Horno mufla marca Thermolyne 1300 utilizada para realizar los tratamientos térmicos.....	34
Figura II-7. Determinador simultaneo de C y S marca Leco modelo CS 230.....	36
Figura II-8. Espectrofotómetro de emisión óptica por chispa marca Spectro modelo LabS.....	36
Figura II-9. Microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6610LV. ...	38
Figura II-10. Microscopio Olympus GX51.	38
Figura II-11. Representación esquemática de la cuantificación de fases mediante análisis de imágenes con el programa Stream Essentials: a) imagen obtenida mediante OM, b) cuantificación de fases secundarias.....	39
Figura II-12. Medición del tamaño de grano mediante análisis de imágenes con el programa Stream Essentials en base a la norma ASTM E-112.....	39
Figura III-1. Efecto de la temperatura sobre la fracción en volumen de la ferrita (α -Fe) y la austenita (γ -Fe) en el material laminado en caliente. Simulación realizada con el JMatPro.....	46
Figura III-2. Efecto de la temperatura sobre la fracción en volumen de la ferrita (α -Fe) y la austenita (γ -Fe) en el material laminado en caliente + recocido a 850°C durante 180 min. Simulaciones realizadas con JMatPro.....	47
Figura III-3. Efecto de la temperatura sobre la fracción en volumen de la ferrita (α -Fe) y la austenita (γ -Fe) en el material laminado en caliente + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 180 min. Simulaciones realizadas con JMatPro.	47
Figura III-4. Temperaturas de transformación A_1 y A_3 obtenidas mediante el software JMat Pro. Para las diferentes rutas de procesamiento empleadas.	48
Figura III-5. Características microestructurales del acero eléctrico laminado en caliente (condición de llegada): a) distribución de tamaño de grano y b) morfología de las fases secundarias.....	49
Figura III-6. Microestructura del acero obtenida antes del proceso de laminación en frío: a) y b) laminado en caliente, c) y d) laminado en caliente + recocido a 850°C durante 180 min y e) y f) laminado en caliente + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 180 min.....	50



Figura III-7. Microestructura resultante del proceso de laminación en frío con condición de procesamiento previa: a) y b) laminado en caliente, c) y d) laminado en caliente + recocido a 850°C durante 180 min y e) y f) laminado en caliente + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 180 min.56

Figura III-8. Evolución de la microestructura en muestras sin tratamiento térmico previo a la laminación en frío y con recocido después de la deformación a 660°C: a) 10 s, b) 30 s, c) 60 s, d) 120 s, e) 180 s y f) 240 s.58

Figura III-9. Evolución de la microestructura en muestras con recocido a 850°C, 180 min antes de la laminación en frío y con recocido después de la deformación a 710°C: a) 10 s, b) 30 s, c) 60 s, d) 120 s, e) 180 s y f) 240 s.61

Figura III-10. Evolución de la microestructura en muestras con 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C, 180 min antes de la laminación en frío y con recocido después de la deformación a 710°C durante: a) 10 s, b) 30 s, c) 60 s, d) 120 s, e) 180 s y f) 240 s.62

Figura III-11. Microestructuras de recristalización obtenidas después de 4 min de recocido: a, b) sin modificación previa (recocido final 660°C) y c, d) con recocido previo a 850°C, 180 min y e, f) con 15% de reducción en espesor + recocido previo a 850°C, 180 min (recocido final 710°C).63

Figura III-12. Fracción recristalizada durante el recocido final: a) sin modificación y recocido final a 660°C, b) Con recocido previo a 850°C, 180 min y recocido final a 710°C, c) con 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C, 180 min y recocido final a 710°C65

Figura III-13. Gráfica $\ln \{ \ln [1 / ((1 - X_v))] \}$ vs $\ln t$ en muestras: a) sin modificación, b) con recocido a 850°C, 180 min y c) con 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C, 180 min previo a la laminación en frío.67

Figura III-14. Efecto del tiempo sobre la microestructura del acero recocido a 775°C: a) 10 s, b) 30 s, c) 60 s, d) 180 s, e) 300 s y f) 600 s. Muestras “sin modificación” antes de la laminación en frío.71

Figura III-15. Efecto del tiempo sobre la microestructura del acero recocido a 825°C: a) 10 s, b) 30 s, c) 60 s, d) 180 s, e) 300 s y f) 600 s. Muestras con procesamiento previo “laminado en caliente + recocido a 850°C durante 180 min”.72



Figura III-16. Efecto del tiempo de recocido sobre la microestructura del acero recocido a 825°C durante: a) 10 s, b) 30 s, c) 60 s, d) 180 s, e) 300 s y f) 600 s. Muestras con procesamiento previo “laminado en caliente + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 180 min”.....	73
Figura III-17. Microestructura de muestras recocidas durante 10 min procesadas mediante: a, b) ruta 1 (recocido final a 775°C), c, d) ruta 2 y e, f) ruta 3 (recocido final a 825°C).....	74
Figura III-18. Tamaño de grano promedio en función del tiempo de recocido final en muestras: a) sin modificar (LC), b) LC + recocido (850°C, 3h) y c) LC+ 15% reducción en espesor + recocido (850°C, 3 h).	76
Figura III-19. Gráfica $\ln(D - D_0)$ vs $\ln t$ de muestras: a) sin modificar (LC), b) LC + recocido (850°C, 3h) y c) LC+ 15% reducción en espesor + recocido (850°C, 3 h)...	78
Figura III-20. Ciclos de histéresis de muestras obtenidas de la laminación en frío. Condición previa: a) laminado en caliente (LC), b) LC + recocido a 850°C durante 3 h, c) LC + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 3 h y d) acercamiento de la región $B=0, H=0$	84
Figura III-21. Ciclos de histéresis de muestras con recocido por 4 min para la recristalización. Condición previa: a) laminado en caliente (LC), b) LC + recocido a 850°C durante 3 h, c) LC + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 3 h y d) acercamiento de la región $B=0, H=0$	85
Figura III-22. Ciclos de histéresis de muestras con recocido por 10 min para el crecimiento de grano: a) laminado en caliente, b) laminado en caliente + recocido a 850°C durante 3 h, c) laminado en caliente + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 3 h y d) ampliación de la región $B=0, H=0$	86
Figura III-23. Coercitividad en función de la ruta y las condiciones de procesamiento.	87
Figura III-24. Remanencia en función de la ruta y las condiciones de procesamiento.	88
Figura III-25. Contenido de carbono, tamaño de grano y coercitividad en muestras recristalizadas para las 3 rutas de procesamiento.	91



Figura III-26. Contenido de carbono, tamaño de grano y coercitividad en muestras con crecimiento de grano para las 3 rutas de procesamiento.....	92
Figura III-27. Contenido de carbono, tamaño de grano y remanencia en muestras recristalizadas para las 3 rutas de procesamiento.	93
Figura III-28. Contenido de carbono, tamaño de grano y remanencia en muestras con crecimiento de grano para las 3 rutas de procesamiento.....	94



SIMBOLOGÍA Y ABREVIATURAS.

GNO	Acero eléctrico de grano no orientado.
GO	Acero eléctrico de grano orientado.
γ -Fe	Fase austenita con empaquetamiento cúbico centrado en las caras.
α -Fe	Fase ferrita con empaquetamiento cúbico centrado en el cuerpo.
Fe ₃ C	Microconstituyente del acero conocido como cementita.
A ₁	Temperatura de equilibrio de transformación de fase a partir de la cual comienza a formarse la fase austenita.
A ₃	Temperatura de equilibrio de transformación de fase a partir de la cual la fase estable es fase austenita.
Ac ₁	Temperatura crítica de transformación de fase en calentamiento continuo a partir de la cual comienza a formarse la fase austenita.
Ac ₃	Temperatura crítica de transformación de fase en calentamiento continuo a partir de la cual la fase estable es la fase austenita.
h	Horas.
T	Temperatura.
ton	Toneladas
C	Carbono.
<i>t</i>	Tiempo.
W_t	Pérdidas de energía totales.
W_e	Pérdidas de energía por corrientes de eddy.
W_h	Pérdidas de energía por histéresis.
W_A	Pérdidas de energía anómalas.
<i>f</i>	Frecuencia.
<i>D</i>	Tamaño de grano promedio a un tiempo determinado.
D_o	Tamaño de grano promedio a un tiempo t_o .
<i>B</i>	Inducción magnética.
t_L	Espesor de la lámina.
ρ	Resistividad eléctrica.
K_1	Constante de anisotropía cristalina.



B_s	Inducción de saturación.
H	Campo magnético.
H_C	Coercitividad.
B_R	Remanencia.
X_v	Fracción recristalizada.
A	Constante cinética relacionada con la rapidez de nucleación.
n	Exponente de Avrami, constante cinética relacionada con la rapidez de recristalización.
m	Exponente de crecimiento de grano.
c	Coefficiente cinético relacionado con la rapidez de crecimiento de grano.
DL	Dirección de laminación.
DN	Dirección normal de la lámina.
DT	Dirección transversal de la lámina.
PN	Plano normal de la lámina.
SEM	Microscopía electrónica de barrido (por sus siglas en inglés).
OM	Microscopía óptica (por sus siglas en inglés).
OES	Espectrometría de emisión óptica (por sus siglas en inglés).
IRS	Espectrometría de absorción infrarroja (por sus siglas en inglés).
VSM	Magnetometría de muestra vibrante (por sus siglas en inglés).
SIBM	Migración de límites de grano inducida por deformación (por sus siglas en inglés).
Fibra- θ	Conjunto de orientaciones con las direcciones $\langle 001 \rangle // DN$.
Fibra- α	Conjunto de orientaciones con las direcciones $\langle 110 \rangle // DL$.
Fibra- γ	Conjunto de orientaciones con las direcciones $\langle 111 \rangle // DN$.



Introducción.

La energía eléctrica en términos de fuentes disponibles, impacto ambiental y económico es una preocupación mundial [1, 2]. Actualmente existe una gran necesidad de aprovechar al máximo este recurso y ésta, es la fuerza impulsora para el desarrollo de nuevas tecnologías o materiales que permitan hacer más eficiente su uso.

Los aceros eléctricos tienen un papel importante en el sistema de la electricidad incluyendo su generación, distribución y consumo. El término “eléctrico” en estos materiales se relaciona con las aplicaciones a los cuales están destinados, ya que son utilizados para la fabricación de núcleos de aparatos eléctricos que varían desde simples aparatos electrodomésticos hasta vehículos híbridos eléctricos [3-5].

Existen dos tipos de aceros eléctricos: orientados y no orientados [6]. La principal diferencia entre estas dos clases de aceros es su textura cristalográfica. En el caso de aceros eléctricos de grano orientado (GO) se requiere una textura de tipo $\{011\}\langle 100\rangle$, es decir, una microestructura en donde los cristales de ferrita estén orientados de tal forma que los planos $\{011\}$ sean paralelos al plano normal de la lámina y las direcciones $\langle 100\rangle$ sean paralelas a la dirección de la laminación [7]. Esta característica microestructural causa que las láminas exhiban excelentes propiedades en la dirección de la laminación y por lo tanto, son recomendadas para la fabricación de núcleos de aparatos eléctricos en donde la dirección del flujo magnético coincide con la dirección de laminación, como en el caso de los transformadores de potencia donde el flujo es unidireccional [8]. En el caso de aceros eléctricos de grano no orientado (GNO) se requiere una textura de tipo $\{001\}\langle uvw\rangle$. En este caso, los cristales de ferrita deben estar orientados de tal forma que sus planos $\{001\}$ sean paralelos al plano normal de la lámina, y con todas las orientaciones posibles obtenidas mediante rotaciones en torno a la dirección normal del acero [7]. Esta característica microestructural causa que las láminas exhiban excelentes propiedades magnéticas en todas direcciones y por lo tanto, son recomendadas para la fabricación de núcleos en donde el flujo magnético no es unidireccional, como en el caso de los generadores de energía, alternadores, motores eléctricos, etc. [9].



La producción de acero crudo en el año 2016 fue de 1,628 millones de ton [10], de las cuales el 29% fue destinado para la fabricación de acero eléctrico [11], siendo el 75% de esta cantidad la correspondiente para la fabricación de aceros eléctricos de grano no orientado [12]. Aproximadamente la mitad de la energía eléctrica producida en el mundo es utilizada en motores, motivo por el cual surge la necesidad de producir aceros eléctricos GNO más eficientes [13].

Debido a su alta demanda y sus aplicaciones en el sistema de la electricidad, estos aceros son considerados como uno de los materiales magnéticos más importantes [3-5] que se fabrican en la actualidad [14-16].

Durante su operación, estos materiales son sometidos a campos magnéticos alternos; parte de la energía eléctrica es requerida para el proceso de magnetización-desmagnetización, el cual permite que el material realice un trabajo mecánico, sin embargo, otra parte se pierde en forma de calor [17]. Para minimizar estas pérdidas de energía, es necesario tener una composición química adecuada, producir un tamaño de grano grande y mantener los carburos, sulfuros, nitruros y óxidos al nivel más bajo posible. Tanto los límites de grano como las impurezas dificultan el proceso de magnetización resultando en mayores pérdidas de energía [12, 18, 19]. Estas pérdidas también son influenciadas por la textura cristalográfica ya que las propiedades magnéticas son una función del ángulo entre el campo magnético y las direcciones de fácil magnetización de los cristales de Fe (anisotropía) [12, 20, 21].

Un inconveniente en la fabricación de aceros eléctricos GNO en México mediante la ruta de procesamiento convencional, son los largos tiempos de procesamiento relacionados con el tiempo de duración del recocido de decarburación, el cual por lo general es mayor a 16 h. Esto implica altos costos de procesamiento y por lo tanto, altos costos del producto final [12].

En el presente trabajo, se investigará la factibilidad metalúrgica para la fabricación de aceros eléctricos no orientados mediante dos rutas de procesamiento alternativas. La microestructura y las propiedades magnéticas resultantes serán comparadas con las obtenidas mediante la ruta típica.



Justificación.

Para optimizar el comportamiento magnético de aceros eléctricos no orientados se requiere producir un tamaño de grano óptimo y reducir el contenido de carbono al nivel más bajo posible [12, 18, 19].

El procesamiento convencional de aceros eléctricos de grano no orientado (GNO) a partir de colada continua involucra una serie de etapas como laminación en caliente, laminación en frío, recocido intermedio, deformación plástica adicional y recocido de decarburación final [22]. Este recocido se realiza con el fin de ajustar el tamaño de grano y reducir la cantidad de carburos al nivel más bajo posible [12]. Generalmente, este recocido se realiza a temperaturas por debajo de la temperatura crítica de transformación de fase Ac_1 por tiempos mayores a 16 h. Los largos tiempos de procesamiento resultan en altos costos de producción y por lo tanto en altos costos del producto final. Es importante mencionar que el criterio primario de las productoras de aceros eléctricos es generalmente producirlo al menor costo posible [23].

El trabajo realizado por E. Gutiérrez [24, 25] muestra que la microestructura de un acero eléctrico GNO laminado en caliente, puede ser modificada mediante recocido previo a la laminación en frío. El tiempo óptimo de este tratamiento, con lo cual se reduce considerablemente el contenido de carbono y se promueve el crecimiento de grano fue de 2.5 h a 850°C.

G. Hernández [26] modificó la microestructura de un acero eléctrico GNO mediante pequeñas deformaciones plásticas (0-25% de reducción en espesor) seguido de un recocido intercrítico a 850 °C por 3 h. Los resultados obtenidos muestran que la deformación plástica del 15% de reducción en espesor + recocido intercrítico, favorecen la decarburación del material y el crecimiento de grano antes del proceso de laminación en frío. Adicionalmente, se promueve una reducción considerable en tiempo de procesamiento.

Debido a que en México se producen principalmente aceros eléctricos GNO de bajo carbono, resulta indispensable realizar el proceso de decarburación. Desde el punto de vista científico y tecnológico, la reducción en el tiempo requerido para la



decarburation de aceros eléctricos GNO de acuerdo a los resultados obtenidos por E. Gutiérrez y G. Hernández, representa una gran motivación para investigar los efectos del tamaño de grano y el contenido de C en el material laminado en caliente, sobre la microestructura y las propiedades magnéticas del producto final.

Objetivo.

El objetivo general de este proyecto es modificar la microestructura y la composición química de un acero eléctrico GNO laminado en caliente, con el fin de investigar sus efectos sobre la microestructura y las propiedades magnéticas del producto final. Para lograr el objetivo se han planteado los siguientes objetivos específicos:

Objetivos Específicos.

- Modificar la microestructura y el contenido de C del acero eléctrico GNO laminado en caliente mediante un recocido intercrítico a 850°C por 3 h.
- Modificar la microestructura y el contenido de C del acero eléctrico GNO laminado en caliente mediante reducción en espesor del 15% y recocido intercrítico a 850°C por 3 h.
- Investigar la evolución de la microestructura durante las distintas etapas del procesamiento: tratamiento del acero laminado en caliente, laminación en frío y recocido final (recristalización y crecimiento de grano).
- Determinar los efectos de las características microestructurales obtenidas en el acero laminado en caliente mediante las dos rutas de procesamiento propuestas, sobre la microestructura y las propiedades magnéticas del producto final.



CAPÍTULO I.

Fabricación de aceros eléctricos de grano no orientado y factores que afectan su comportamiento magnético.

En el presente capítulo se describe la ruta de procesamiento convencional y algunos procesos alternativos para la fabricación de aceros eléctricos de grano no orientado. Asimismo, se describen los factores microestructurales que afectan el comportamiento magnético de estos aceros.



1.1 Ruta de procesamiento convencional para la fabricación de aceros eléctricos de grano no orientado de bajo-C.

Los aceros eléctricos de grano no orientado (GNO) se subdividen en dos clases: semiprocesados y procesados [27]. La diferencia entre estos dos tipos de aceros es su condición de procesamiento. En general, las láminas de acero eléctrico GNO son obtenidas a partir de planchones delgados producidos por colada continua. El acero líquido producido a partir de mezclas de chatarra y hierro esponja en un horno eléctrico, es alimentado en máquinas de colada continua donde el acero solidifica en forma de planchones. Los planchones solidificados son introducidos directamente en un horno túnel durante tiempos de permanencia entre 12 y 20 min. En este horno, la temperatura de los planchones se encuentra por encima de la temperatura A_{c3} antes de entrar al proceso de laminación en caliente. Durante la laminación en caliente, el acero pasa a través de un molino continuo de 6 castillos el cual es capaz de producir rollos de acero de hasta 1 mm de espesor. El producto obtenido es generalmente denominado “banda caliente”.

La laminación en frío de la banda caliente se lleva a cabo hasta espesores muy delgados (alrededor de 0.6 mm) y posteriormente el acero es recocido en hornos tipo campana (Batch). A continuación, el acero es sometido a un proceso de laminación en frío adicional conocido como “skin pass”, “temper-rolling” o “temple”. Generalmente, la deformación en este paso es menor a 8 % y se realiza con el fin de darle al acero la planicidad requerida. En esta etapa del procesamiento, el acero es considerado como acero eléctrico de grano no orientado de tipo semiprocesado. En el caso de los GNO procesados, el usuario final realiza un tratamiento térmico de recocido en piezas finales (núcleos) obtenidas mediante operaciones de troquelado. La finalidad de este tratamiento, es disminuir el contenido de carbono al nivel más bajo posible, eliminar los esfuerzos residuales y causar el crecimiento de grano con lo cual las propiedades magnéticas del producto final son ajustadas [12]. Tradicionalmente, este recocido se realiza a $T < A_{c1}$ durante tiempos de permanencia muy largos ($t > 16$ h).

La Figura I-1a, ilustra una microestructura típica del acero eléctrico GNO semiprocesado obtenida industrialmente mediante la ruta descrita. DN y DL indican la

dirección normal y la dirección de laminación, respectivamente. Se observan granos de ferrita (α -Fe) recristalizada muy finos, los cuales se forman durante el recocido del material deformado [25]. La Figura I-1b presenta una microestructura típica de un acero eléctrico GNO completamente procesado obtenido industrialmente mediante la ruta de procesamiento descrita. Asimismo, se muestra la composición química del acero obtenida después del proceso de decarburación (Tabla I-1), es claro que el crecimiento de los granos de ferrita es favorecido por la remoción del C [25].

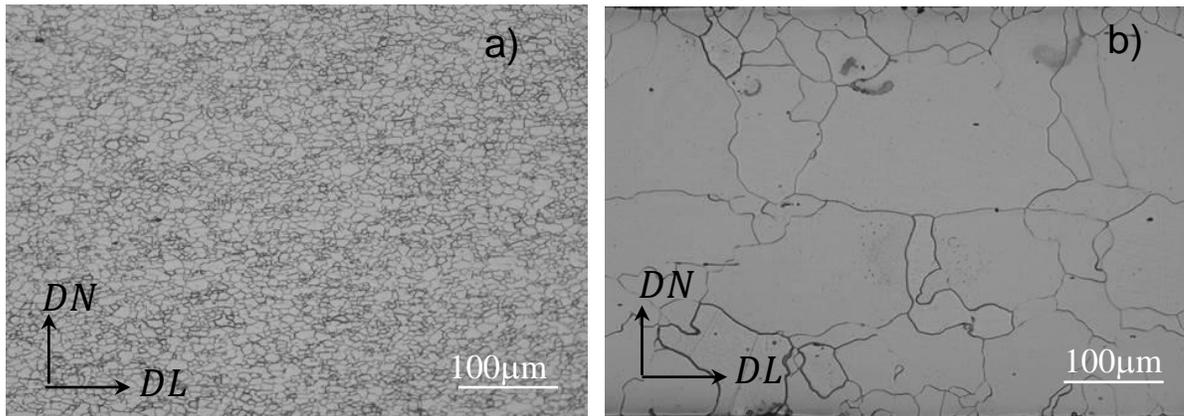


Figura I-1. Microestructura del acero eléctrico en condición: a) semiprocesado y b) procesado [25].

Tabla I-1. Composición química de aceros eléctricos GNO fabricados industrialmente (% peso) [25].

Elemento	Fe	C	Si	Al	Mn	S
Semiprocesado	Balance	0.07	0.6	0.14	0.63	0.005
Procesado	Balance	0.022	0.59	0.11	0.55	0.004



1.2 Factores que afectan el comportamiento magnético de aceros eléctricos de grano no orientado.

Los aceros eléctricos son materiales magnéticos blandos (fáciles de magnetizar y desmagnetizar) utilizados para la fabricación de núcleos de aparatos eléctricos [3]. Para estas aplicaciones se requiere alta permeabilidad magnética y bajas pérdidas de energía [28], con lo cual se puede hacer más eficiente el uso de la energía eléctrica.

Las pérdidas de energía que se presentan en núcleos de aceros eléctricos GNO están descritas mediante la siguiente relación [29]:

$$W_t = W_e + W_h + W_A \quad (1.1)$$

donde W_t = pérdidas de energía totales, W_e = pérdidas de energía por corrientes de eddy clásicas, W_h = pérdidas de energía por histéresis y W_A = pérdidas de energía anómalas o de alta frecuencia. Estas pérdidas son descritas mediante las siguientes ecuaciones [30-33]:

$$W_h = f/D \quad (1.2)$$

$$W_e = k(Bt_L f)^2/\rho \quad (1.3)$$

donde D = tamaño de grano; B = inducción magnética, t_L = espesor de la lámina, ρ = resistividad eléctrica, k = constante de corrientes de eddy clásicas (depende del material) y f = frecuencia [30, 33].

Incrementos en el tamaño de grano causan una disminución en W_h y un aumento de W_e . Por lo tanto, existe un tamaño de grano óptimo que minimiza las pérdidas de energía W_t (Figura I-2) [12, 32, 34], esto se debe a que las corrientes de eddy son corrientes parásitas circulares que se crean de forma perpendicular al flujo magnético aplicado oponiéndose al campo, el aumento en las corrientes es proporcional al área en donde se crean, por lo que al aumentar el tamaño de grano, aumenta el área en la cual se pueden producir las corrientes de eddy [19]. W_e es inversamente proporcional a la resistividad eléctrica del material; debido a esto, elementos como el Si y Al (entre



otros), se agregan intencionalmente a estos aceros para incrementar la resistividad del material y disminuir las pérdidas de energía W_e [18, 19].

Cuando el material es sometido a altas frecuencias, las pérdidas de energía W_A son más significativas ($W_A \propto t_L^2 f^2, W_A \propto 1/\rho$). Esto se relaciona con el mayor número de veces que el material experimenta el ciclo de histéresis [35]. Un método efectivo para reducir estas pérdidas es reducir el espesor de las láminas o incrementar la resistividad mediante un control adecuado de la composición química [18, 19].

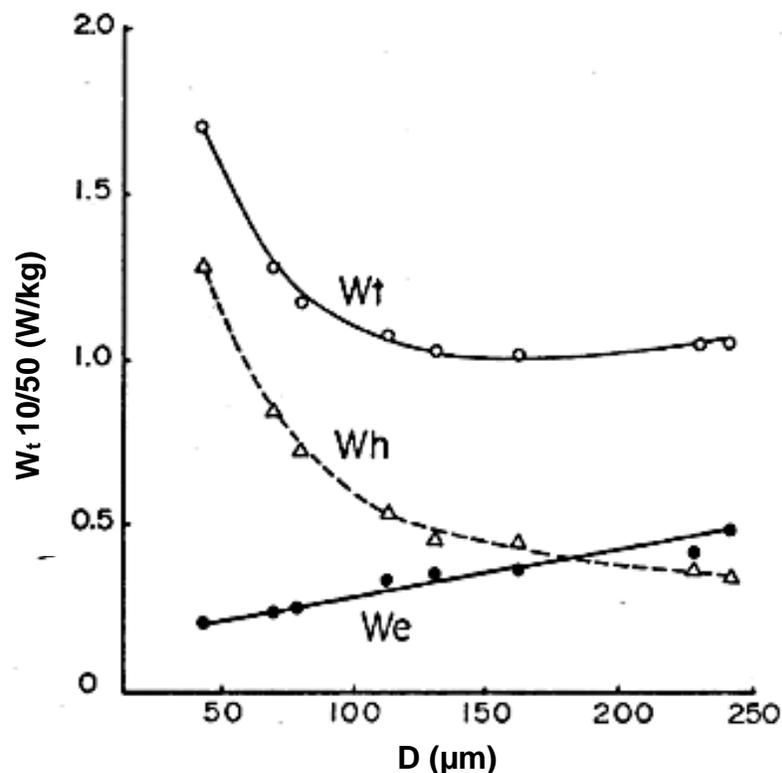


Figura I-2. Influencia del diámetro del grano sobre las pérdidas de energía por histéresis, corrientes de eddy y totales [32].

1.2.1 Composición química.

Los elementos de aleación ayudan a modificar los parámetros de red en la estructura cristalina [18] y de esta manera, promueven mejoras en las propiedades magnéticas como alta permeabilidad, baja coercitividad y bajas pérdidas de energía [18]. Ciertos elementos de aleación pueden incrementar la resistividad eléctrica la cual ayuda a



reducir las pérdidas de energía por corrientes de eddy [18]. Como se observa en la Figura I-3, incrementos en el contenido de Al y Si causan un incremento significativo en la resistividad eléctrica del material. Por esta razón, estos elementos se agregan intencionalmente en aceros eléctricos GNO.

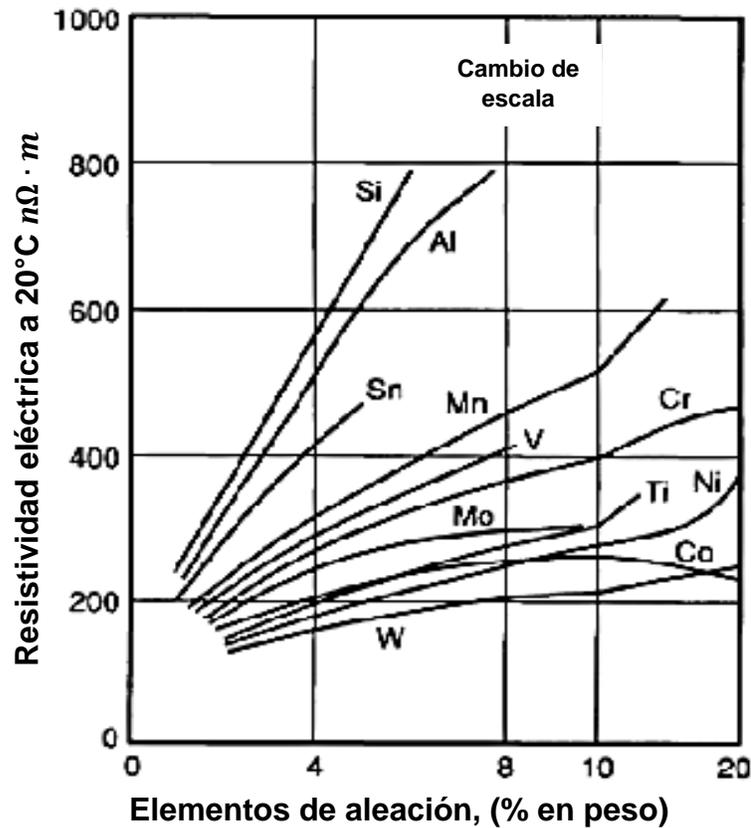


Figura I-3. Efecto de los elementos de aleación sobre la resistividad del hierro [18].

Variaciones en el contenido de silicio causan cambios importantes en la constante de anisotropía cristalina K_1 , la resistividad eléctrica ρ , y la inducción de saturación B_s de acuerdo a las siguientes ecuaciones [36]:

$$K_1 = 5.2 - 0.5Si\% \left(10^4 \frac{J}{m^3}\right) \quad (1.4)$$

$$\rho = 12 + 11Si\% \left(\mu\Omega \cdot cm\right) \quad (1.5)$$

$$B_s = 2.16 - 0.048Si\% \quad (1.6)$$



El efecto del aluminio (Al) en estas constantes es similar al del silicio (Si). Por lo tanto, dependiendo del grado del acero y su aplicación, las cantidades de Si + Al pueden variar de bajas a altas concentraciones [36].

Adiciones de Si en el hierro puro por encima del 2.5% peso, permiten evitar la transformación de fase $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \gamma\text{-Fe}$. Consecuentemente, el acero puede ser recocido a alta temperatura para promover el crecimiento de grano sin experimentar dicha transformación de fase [18]. La precipitación de carburos como resultado de la transformación $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe} + \text{Fe}_3\text{C}$ durante el enfriamiento también es evitada, lo cual es importante debido a que los carburos afectan el comportamiento magnético de aceros eléctricos GNO [18].

Las adición de silicio en aceros eléctricos ofrece algunas desventajas [19]. Es bien sabido que se comercializa en forma de ferrosilicio; un ferrosilicio con bajo contenido de carbono (que es lo deseable), es más costoso que uno con alto contenido de C. El silicio afecta las propiedades mecánicas del acero; por encima del 3.5% en peso incrementa la fragilidad y afecta la capacidad del acero para ser laminado. Adicionalmente, causa una disminución en la densidad del flujo magnético (B) debido a su disolución en la fase ferrita [19].

Elementos como el C, N, S y O, formadores de carburos, nitruros, sulfuros y óxidos, respectivamente, impiden el movimiento de los dominios magnéticos durante la magnetización causando un incremento en las pérdidas de energía totales (W_t). Debido a esto, es importante mantener estos elementos al nivel más bajo posible [18].

La Figura I-4 muestra el efecto del contenido de C sobre las pérdidas de energía por histéresis en Fe. Como se puede observar, incrementos en el contenido de C causan un aumento en las pérdidas por histéresis. Es claro que el carbono presente en el acero, ya sea en forma de forma de cementita, perlita, o incluso en solución sólida, causa un incremento en las pérdidas energía por histéresis [18]. Por este motivo, es necesario reducir el contenido de carbono al nivel más bajo durante el proceso de decarburación.

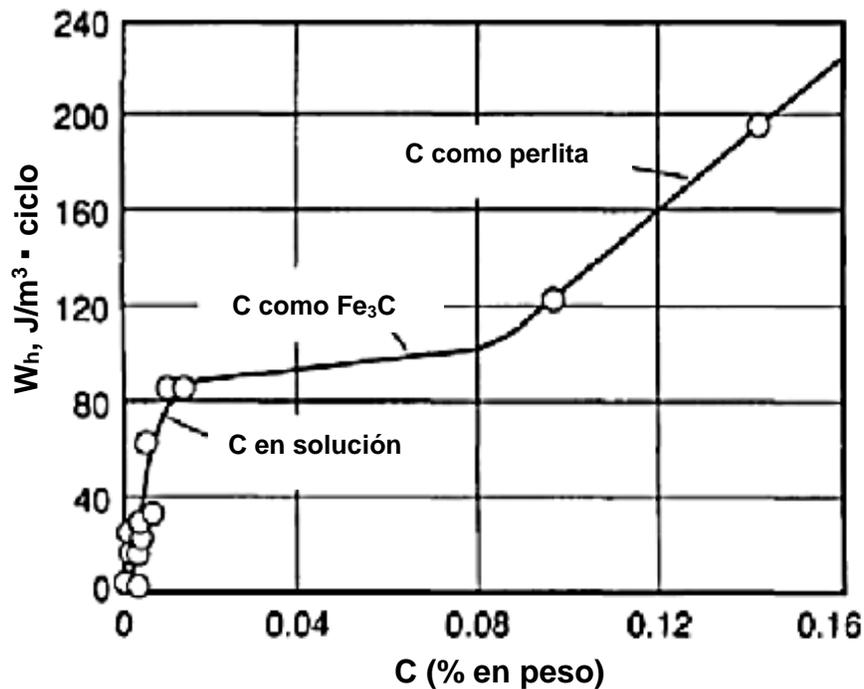


Figura I-4. Relación en el contenido de carbono y las pérdidas de energía por histéresis en un hierro. Inducción = 1 T (10 kG) [18].

1.2.2 Efecto del tamaño de grano.

Para la mayoría de las aplicaciones, el tamaño de grano debe ser lo más grande posible sin que afecte otro tipo de pérdidas, como las causadas por corrientes de eddy. Una microestructura consistente de granos con tamaño pequeño tiene muchos límites de grano por unidad de área. Los límites de grano representan una discontinuidad física de la estructura cristalina que impide el movimiento de los dominios magnéticos durante el proceso de magnetización. Al aumentar el tamaño de grano, esa cantidad de límites de grano por unidad de área disminuye mejorando las propiedades magnéticas. Como se observa en la Figura I-5, para un tamaño de grano más grande, es decir cuando el número de límites por unidad de área (N) es menor, las pérdidas de energía por histéresis son más bajas [18].



Otros autores, han reportado que incrementos en el tamaño de grano, causan una disminución en las pérdidas de energía por histéresis (W_h) y un incremento en las pérdidas por corrientes de eddy (W_e) [18]. Por lo tanto, existe un tamaño óptimo que permite optimizar las pérdidas de energía totales ($W_t = W_h + W_e$).

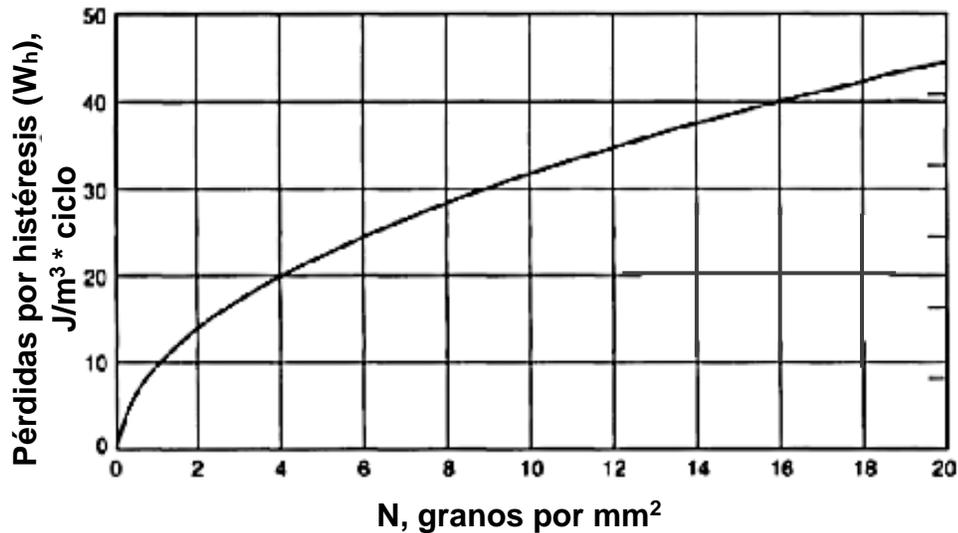


Figura I-5. Efecto del tamaño de grano sobre las propiedades magnéticas de un hierro puro [18].

1.2.3 Textura cristalográfica.

Las pérdidas W_t también son afectadas por la textura cristalográfica, es decir, por la orientación de los granos, y están asociadas con la anisotropía de las propiedades magnéticas, las cuales son una función del ángulo entre el campo magnético y las direcciones de fácil magnetización de los cristales del Fe [12, 20, 37].

Las direcciones de fácil magnetización en el Fe son del tipo $\langle 100 \rangle$ (Figura I-6), es decir, el campo magnético (H) que se requiere para magnetizar a la ferrita en la dirección $\langle 100 \rangle$ es mucho menor que el que se requiere en las direcciones $\langle 110 \rangle$ y $\langle 111 \rangle$ [19]. Debido a esto, es deseable una distribución de granos con direcciones $\langle 100 \rangle$ // DL distribuidos aleatoriamente en torno a la dirección normal (DN) de la lámina. Para este caso, una textura ideal podría ser $\{100\} \langle 0vw \rangle$, en que dos



direcciones $\langle 100 \rangle$ en cada cristal son paralelos a la dirección de laminación (DL) [38].

La dependencia de las propiedades del acero con la textura cristalográfica es causada por la influencia de la energía de anisotropía magnetocristalina sobre la permeabilidad magnética y las pérdidas para la desmagnetización [38]. En monocristales de hierro, la permeabilidad magnética es máxima y las pérdidas son mínimas cuando el campo magnético externo es paralelo a las direcciones de fácil magnetización $\langle 100 \rangle$. Esto se debe a que en estas direcciones los momentos magnéticos de los átomos del hierro se alinean casi espontáneamente debido a que la energía de anisotropía magnetocristalina es la más baja [38]. La magnetización en cualquier otra dirección necesita una energía adicional resultando en una menor capacidad para la magnetización como se muestra en la Figura I-6.

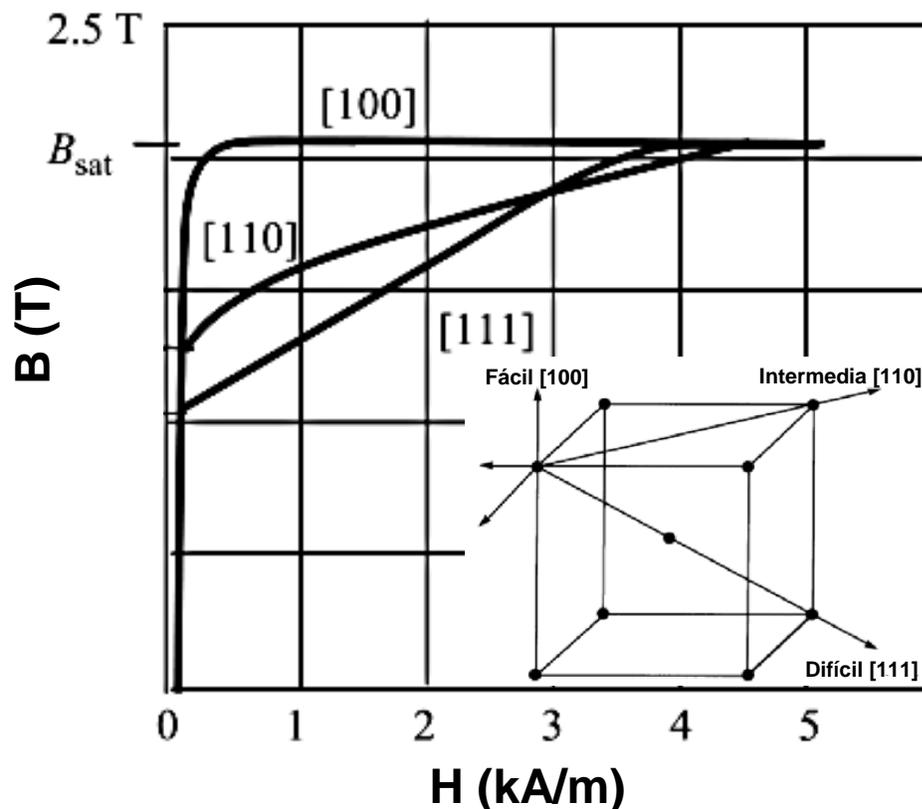


Figura I-6. Efecto de la orientación cristalográfica sobre la magnetización en un acero Fe-Si [19].



1.3 Métodos alternativos para la fabricación de aceros eléctricos de grano no orientado.

Como se mencionó anteriormente, la obtención de la microestructura requerida en aceros eléctricos GNO mediante la ruta de procesamiento típica, requiere largos tiempos de procesamiento. Con el fin de reducir dichos tiempos, se han propuesto métodos alternativos que permitan su obtención, sin dejar de lado la microestructura deseada en estos materiales. A continuación, se describen algunos de ellos.

1.3.1 Modificación de las características microestructurales de aceros eléctricos GNO laminados en caliente mediante recocido previo a la laminación en frío.

E. Gutiérrez [24] investigó el efecto del recocido previo a la laminación en frío en un acero eléctrico GNO laminado en caliente. El acero cuya composición química se muestra en la Tabla I-2, fue sometido a un recocido realizado a distintas temperaturas (700-1050°C) durante tiempos de 30, 60, 120 y 150 min.

Como se observa en la Figura I-7, las temperaturas críticas de transformación de fase dicho acero, Ac_1 y Ac_3 , en dicho acero son alrededor de 750°C y 950°C, respectivamente. Este resultado indica que la fase estable a $T \leq 750^\circ\text{C}$ es principalmente ferrita ($\alpha\text{-Fe}$). La región bifásica ($\alpha\text{-Fe} + \gamma\text{-Fe}$) se encuentra entre 750°C y 950°C, mientras que la fase estable a temperaturas por encima de 950°C es la austenita ($\gamma\text{-Fe}$).

Tabla I-2. Composición química del acero utilizado por E. Gutiérrez (% peso) [24].

Elemento	Fe	C	Si	Al	Mn	S	Cr	Ni
% peso	Balance	0.05	0.57	0.21	0.32	0.004	0.019	0.029

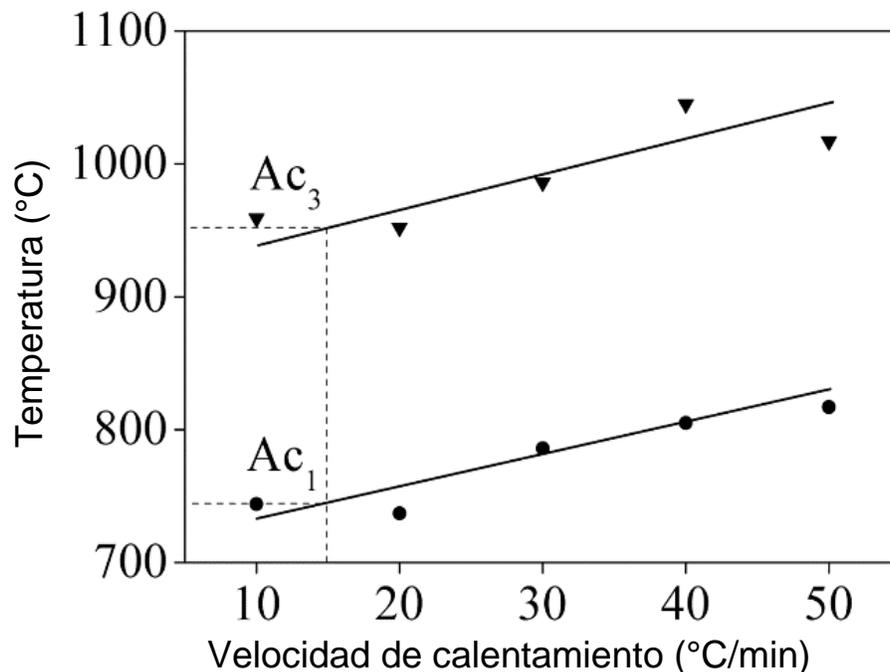


Figura I-7. Temperaturas críticas de transformación de fase en calentamiento continuo determinadas mediante dilatometría [24].

La Figura I-8 muestra el efecto de la temperatura de recocido sobre la microestructura del acero. Se observa que la microestructura del acero laminado en caliente es muy similar a la microestructura de muestras con recocido a 700°C. Ambas se caracterizan por la presencia de granos de ferrita muy pequeños. Este resultado sugiere que el recocido a temperaturas dentro del campo de estabilidad de la fase ferrita causa solo cambio pequeño en el tamaño de grano. Cuando el recocido se realiza a temperaturas mayores a 950°C, es decir, dentro del campo de estabilidad de la fase austenita, se observa un incremento en el tamaño de grano. En ambos casos, se observan granos con morfología equiaxial y la presencia de carburos. La microestructura de muestras recocidas a temperaturas dentro del rango intercrítico es completamente distinta, en este caso se observan granos con morfología columnar libres de carburos con un tamaño considerablemente más grande al observado en muestras recocidas a $T < A_{c1}$ o $T > A_{c3}$.



El crecimiento de grano columnar ha sido relacionado por varios autores con un crecimiento selectivo mediante el cual se desarrollan texturas de tipo $\{001\} \langle 100 \rangle$ [39-42], las cuales permiten mejorar el comportamiento magnético de estos materiales.

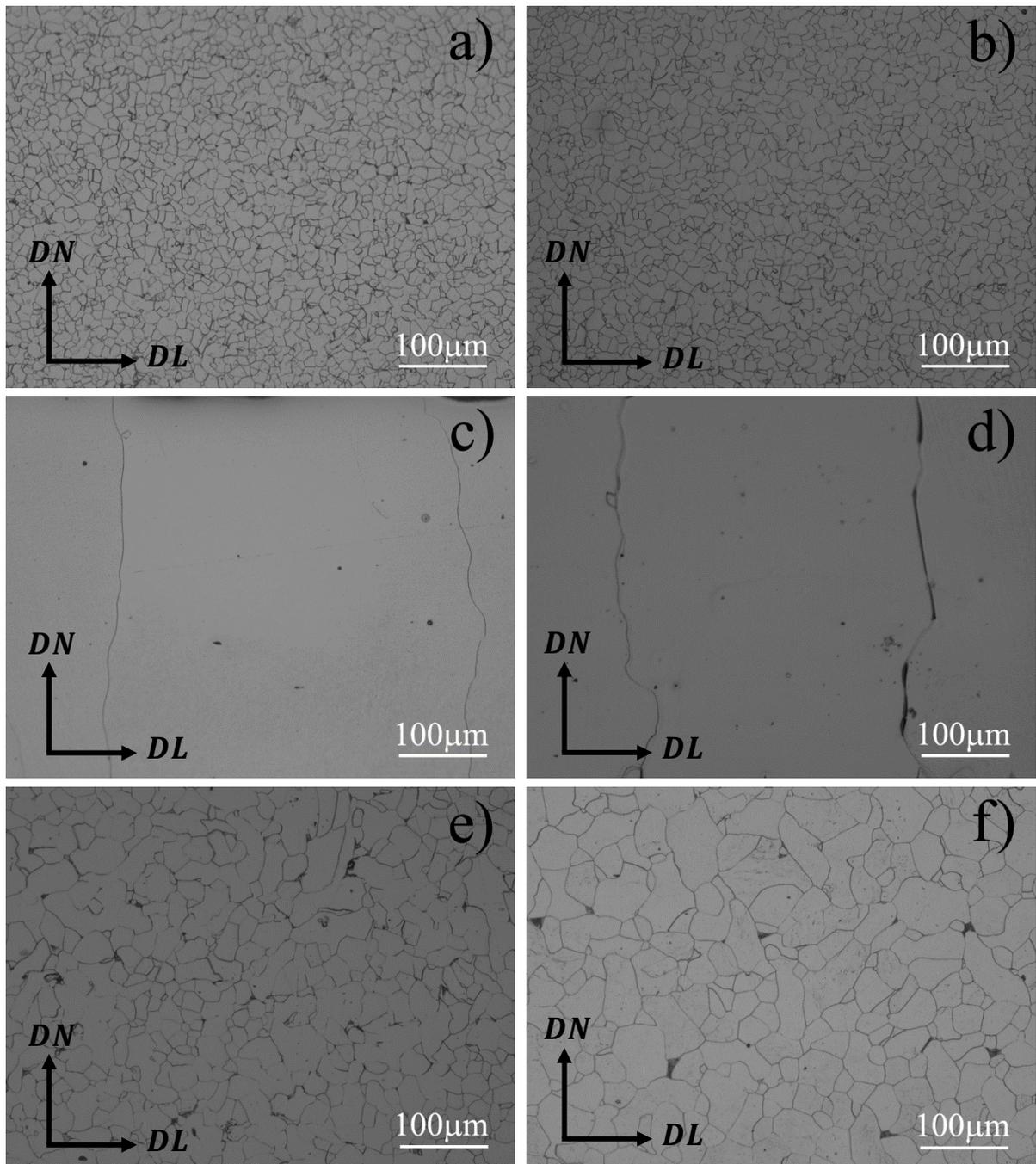


Figura I-8. Microestructuras del acero laminado en caliente después del recocido a diferentes temperaturas en un tiempo de 150 min: a) sin tratamiento térmico, b) 700 °C, c) 800°C, d) 850°C, e) 950°C y f) 1050°C [24].



La Figura I-9 muestra el efecto del tiempo y la temperatura de recocido sobre el contenido de carbono. Se observa claramente que las muestras recocidas a temperaturas dentro del rango intercrítico (800°C y 850°C) exhiben una rápida decarburación. En cambio, el recocido a temperaturas fuera del campo bifásico no causa un cambio significativo en el contenido de carbono. Estos resultados indican que la presencia de ferrita y austenita durante el recocido favorece la remoción del carbono, lo cual pudiera estar relacionado con una mayor desorientación en la interface α -Fe / γ -Fe y con las diferencias en la solubilidad del carbono en ambas fases [39-42].

Los resultados obtenidos por E. Gutiérrez muestran que el recocido previo a la deformación en frío, es un método alternativo atractivo para reducir el contenido de carbono e incrementar el tamaño de grano. Además, permite reducir significativamente el tiempo de procesamiento de más de 16 h (ruta típica) a menos de 3 h.

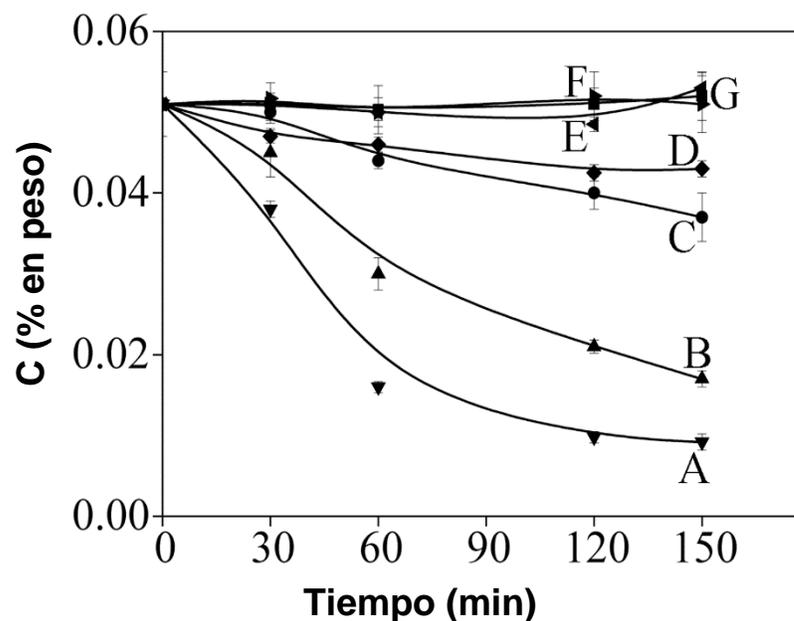


Figura I-9. Efecto de la temperatura y el tiempo sobre el contenido de C en muestras recocidas a: A, 850°C; B, 800°C; C, 750°C; D, 900°C; E, 950°C; F, 700°C y G, 1050°C [24].



1.3.2 Deformación plástica y recocido intercrítico, realizados antes de la laminación en frío, para modificar la microestructura de aceros eléctricos GNO laminados en caliente.

G. Hernández [26] modificó la microestructura de aceros eléctricos GNO laminados en caliente mediante deformación plástica y recocido intercrítico antes del proceso de laminación en frío. La composición química del acero eléctrico utilizado se muestra en la Tabla I-3. Como se puede observar es un acero de bajo carbono con contenidos de Si + Al alrededor de 0.86 % peso. El acero eléctrico laminado en caliente fue sometido a pequeñas deformaciones plásticas (0-25%) y posteriormente tratado térmicamente a temperaturas dentro de la región bifásica (850°C) durante distintos tiempos (10-180 min), antes de la deformación en frío.

Tabla I-3. Composición química del acero utilizado por G. Hernández (% peso) [26].

C	Fe	Si	Al	Mn	Cr	Ni	Cu	Mo	Nb
0.054	Balance	0.566	0.308	0.545	0.009	0.0118	0.168	0.001	0.0002

La Figura I-10 muestra el efecto del tiempo de recocido sobre la microestructura del acero eléctrico laminado en caliente. Como se puede observar, el recocido promueve un crecimiento de grano selectivo, el cual inicia en la superficie del acero y continúa en una dirección paralela a la dirección de la decarburación resultando en granos con morfología columnar. La longitud de los granos columnares es mayor para un tiempo de recocido más largo lo cual está relacionado con la remoción del C. Los contenidos de carbono que se obtienen después del recocido a 850°C por 180 min, en muestras con 0% y 15% de reducción en espesor, fueron 0.01 y 0.009, respectivamente [26].

La Figura I-11 muestra el efecto del tiempo de recocido sobre la microestructura de muestras laminadas en caliente que fueron sometidas a una reducción en espesor del 15% y recocido intercrítico a 850°C. En este caso, también se observa un crecimiento selectivo (discontinuo), sin embargo, los granos resultantes son de morfología



equiaxial. Este comportamiento fue explicado en términos de migración de límites de grano inducida por plasticidad.

El crecimiento selectivo ha sido relacionado por varios autores con el desarrollo de texturas preferenciales de tipo $\{001\} \langle 100 \rangle$ [39-42] y $\{011\} \langle 100 \rangle$ [43-46]. Ambas texturas, poseen las direcciones de fácil magnetización en el Fe $\langle 100 \rangle$.

Por lo tanto, los resultados obtenidos por G. Hernández muestran que el recocido intercrítico del acero laminado en caliente sin y con deformaciones plásticas pequeñas antes del proceso de laminación en frío, promueve un crecimiento selectivo y una rápida decarburación del acero. Adicionalmente, también puede reducirse considerablemente el tiempo de procesamiento de $t > 16$ h hasta alrededor de 3 h.

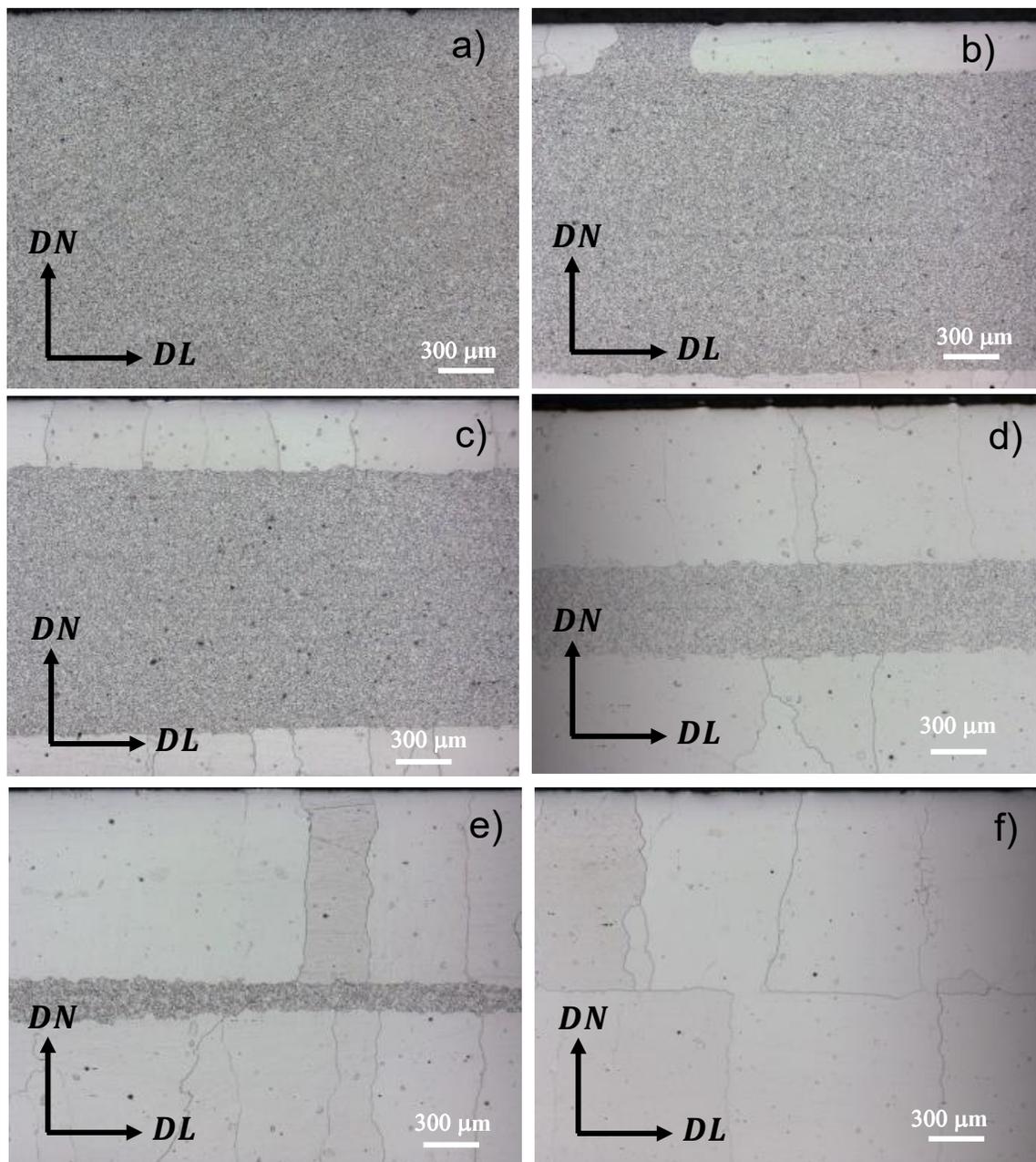


Figura I-10. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos no-orientados laminados en caliente, con 0% de deformación plástica, recocidos a 850°C: a) 10 min, b) 60 min, c) 90 min, d) 120 min, e) 150 min, f) 180 min [26].

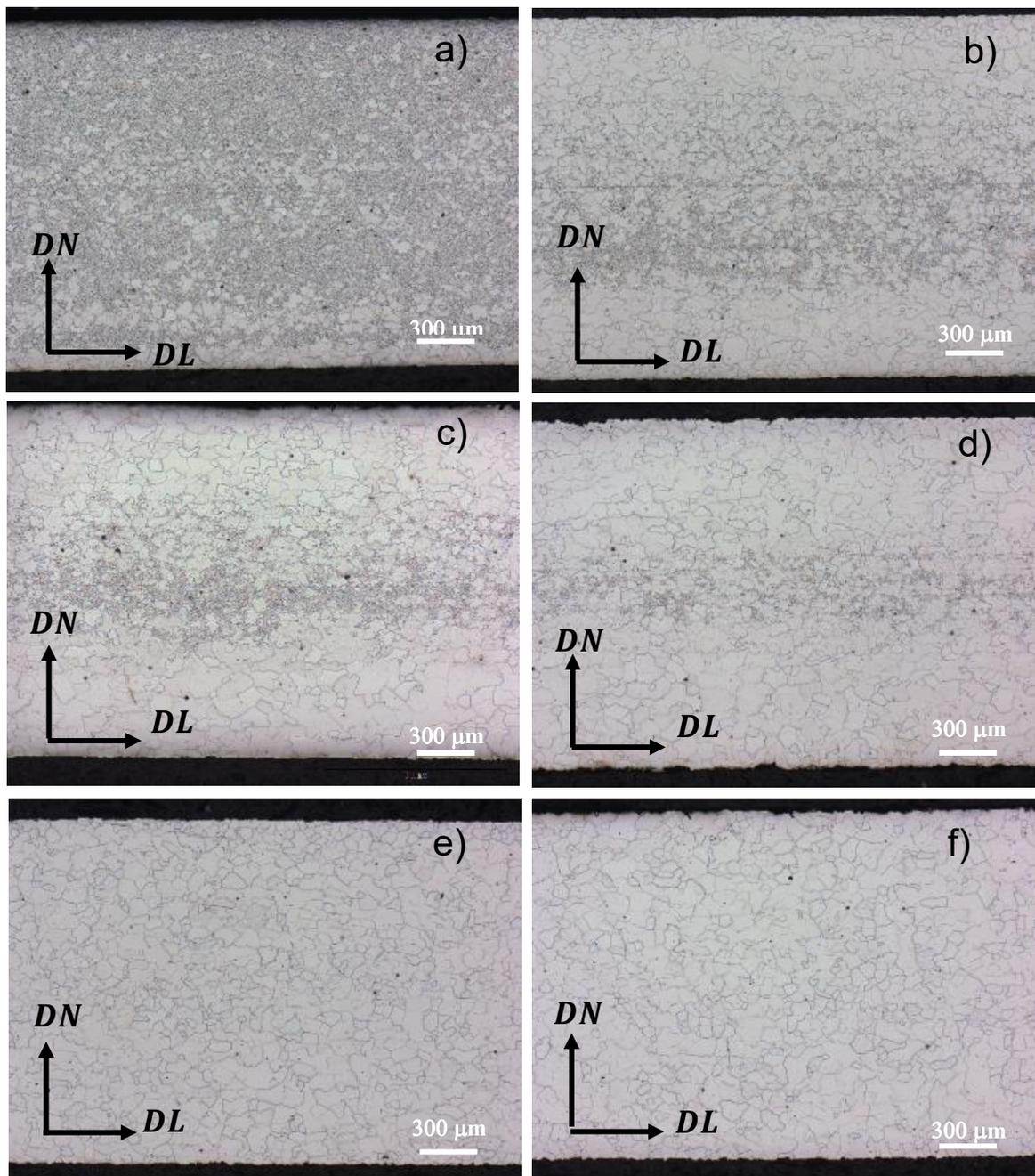


Figura I-11. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos no orientados laminados en caliente, con 15% de reducción en espesor y recocidos a 850°C: a) 10 min, b) 60 min, c) 90 min, d) 120 min, e) 150 min y f) 180 min [26].



1.3.3 Tratamiento térmico de corta duración en aceros eléctricos no orientados de ultra bajo carbono antes de la laminación en frío.

K.M. Lee [47] evaluó el efecto del tamaño de grano del material laminado en caliente sobre la microestructura y la textura cristalográfica de aceros eléctricos no orientados de ultra bajo carbono. El acero eléctrico utilizado cuya composición química se presenta en la Tabla I-4 fue sometido a 2 recocidos previos a la laminación en frío, a 850°C por 5 min (SG) y a 1000°C por 1 h (LG). El objetivo de este tratamiento fue obtener dos microestructuras distintas como punto de partida (Figura I-12). El acero fue posteriormente laminado en frío con una reducción en espesor del 87%, y finalmente recocido a 700, 800 y 900°C por 5 min en atmósfera de Ar.

La diferencia entre los tiempos utilizados por K.M. Lee [47] y los utilizados por E. Gutiérrez [24] y G. Hernández [26] radica en los distintos contenidos de C presentes en el acero. Es claro que los tiempos cortos utilizados por Lee no pretenden decarburar el acero eléctrico puesto que es un acero de ultra bajo carbono, la intención de dicho tratamiento en este caso es solamente modificar el tamaño de grano (mediante la migración de las fronteras de grano) y la textura cristalográfica.

Tabla I-4. Composición química del acero eléctrico GNO utilizado en este estudio (% peso) [47].

Elemento	Fe	Si	Al	Mn	C	N	S
Composición	Balance	2.01	0.32	0.21	0.0035	0.0039	0.0022

El tamaño de grano obtenido con dichos tratamientos térmicos fue de 150 μm y 500 μm después de ser sometido a los tratamientos SG y LG, respectivamente (Figura I-12a y Figura I-12b). Las muestras con recocido inicial a 850°C (SG) y recocido final a 700, 800 y 900°C resultan en tamaños de grano de 25 μm (Figura I-13a), 85 μm (Figura I-13c) y 170 μm (Figura I-13e), respectivamente.

Por otra parte, las muestras con recocido inicial a 1000 °C (LG) exhiben un comportamiento diferente durante el recocido final, se observa una mezcla de granos pequeños de alrededor de 30 μm y granos grandes de 200 μm en promedio (Figura I-13b) cuando el recocido es realizado a 700°C. Después del recocido final a 800°C la microestructura del acero se caracteriza por la presencia de grano dúplex con granos de tamaño grande mayor a 120 μm y tamaños pequeños menores a 70 μm (Figura I-13d). Finalmente, la muestra recocida a 900°C presentó granos muy grandes con tamaños superiores a los 250 μm (Figura I-13f). Estos resultados indican que el tamaño de grano obtenido después del recocido previo a la laminación en frío afecta el tamaño de grano después del recocido final. A mayor tamaño de grano en el acero laminado en caliente, mayor es el tamaño de grano después del recocido final.

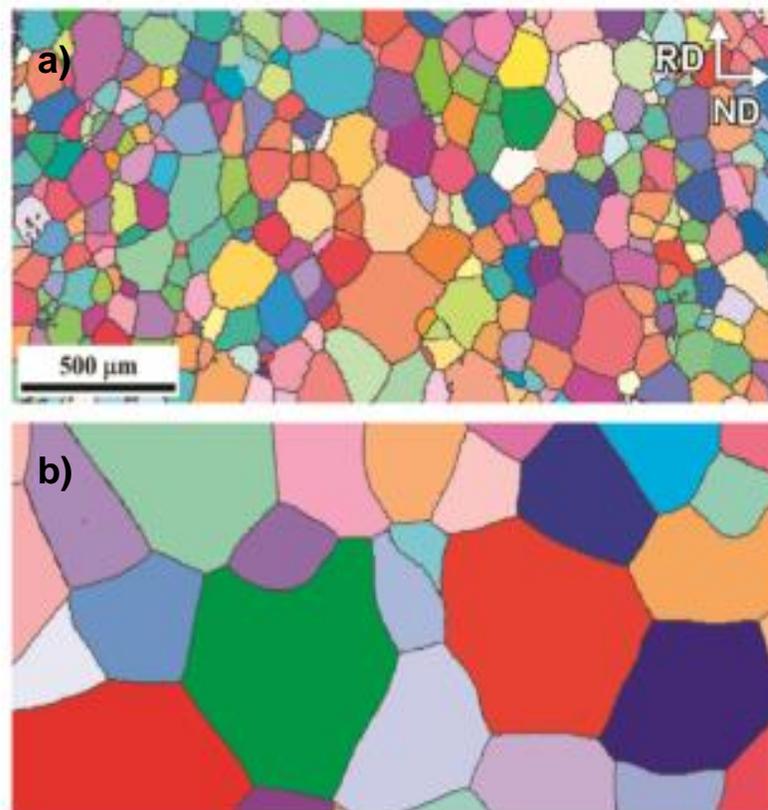


Figura I-12. Mapas de Figuras de Polos Inversa en la DN del material laminado en caliente: a) SG y b) LG [47].

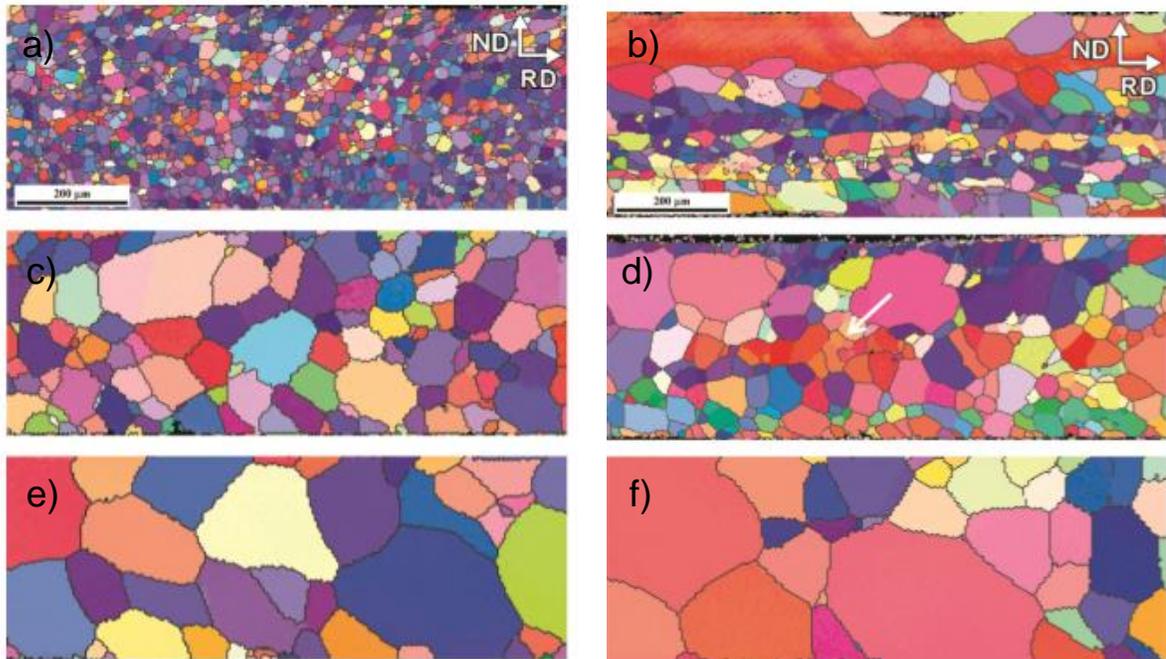


Figura I-13. Mapas de Figuras de polos inversa [001] de muestras SG (izquierda) y LG (derecha) después del recocido por 5 min: a, b) 700°C, c, d) 800°C y e, f) 900°C [47].

Las Figuras I-12 y I-13 muestran los mapas de orientación relacionados con la Figura de polos inversa [001], obtenidas mediante difracción de electrones retrodispersados. Estos mapas utilizan un esquema básico de colores RGB (rojo, verde y azul, por sus siglas en inglés). Para fases cúbicas, el color rojo, azul y verde son colores asignados a granos cuyos ejes $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ y $\langle 111 \rangle$, respectivamente, son paralelos a la dirección de proyección de la figura de polos inversa. Orientaciones intermedias son coloreadas por una mezcla de los colores primarios RGB. Por lo tanto, la figura de polos inversa [001] muestra que direcciones del cristal son paralelas a la dirección normal de la muestra [48].

Con base en estas figuras se puede decir que el recocido SG promueve mayoritariamente orientaciones de tipo $\langle 111 \rangle // DN$ (azules), sin embargo, el recocido LG favorece el desarrollo de orientaciones $\langle 100 \rangle // DN$ (rojos). Dicho en



otras palabras, el recocido SG favorece la formación de orientaciones de tipo $\{111\}$ //PN, mientras que el LG promueve el desarrollo de orientaciones $\{100\}$ //PN.

La Figura I-14 muestra una sección $\varphi_2=45^\circ$ del espacio de Euler que muestra las orientaciones ideales en materiales BCC relacionadas con el comportamiento magnético [47]. Asimismo, se muestran los colores RGB de la figura de polos inversa relacionados con las posibles componentes desarrolladas.

Las componentes de la fibra- θ (color rojo), caracterizadas por la familia de planos $\{001\}$ paralelas al plano normal de la lámina, son las que se relacionan con una mejora en el comportamiento magnético de aceros eléctricos. Sin embargo, las componentes de la fibra- γ (color azul), caracterizadas por la familia de planos $\{111\}$ paralelas al plano normal de la lámina, causan un deterioro del comportamiento magnético.

Con base en esta figura se puede decir que las muestras con recocido SG desarrollan principalmente orientaciones correspondientes a la fibra- γ , $\langle 111 \rangle$ //DN, mientras que aquellas sujetas al recocido LG favorecen el desarrollo de orientaciones correspondientes a la fibra- θ , $\langle 001 \rangle$ //DN.

La Figura I-15 muestra que las pérdidas de energía totales en muestras con recocido SG (las cuales exhibieron un tamaño de grano más pequeño y orientaciones de tipo $\langle 111 \rangle$ //DN) son mayores que las de muestras con recocido LG (que mostraron un tamaño de grano más grande y orientaciones de tipo $\langle 001 \rangle$ //DN), independientemente del ángulo con respecto a la DL en el que fueron medidas.

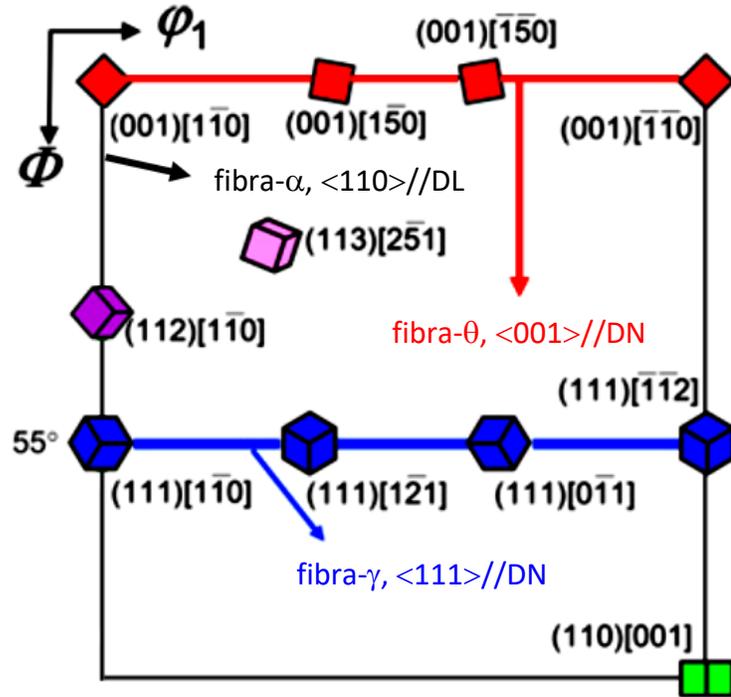


Figura I-14. Orientaciones ideales y fibras en la sección $\varphi_2 = 45^\circ$ de la ODF [47].

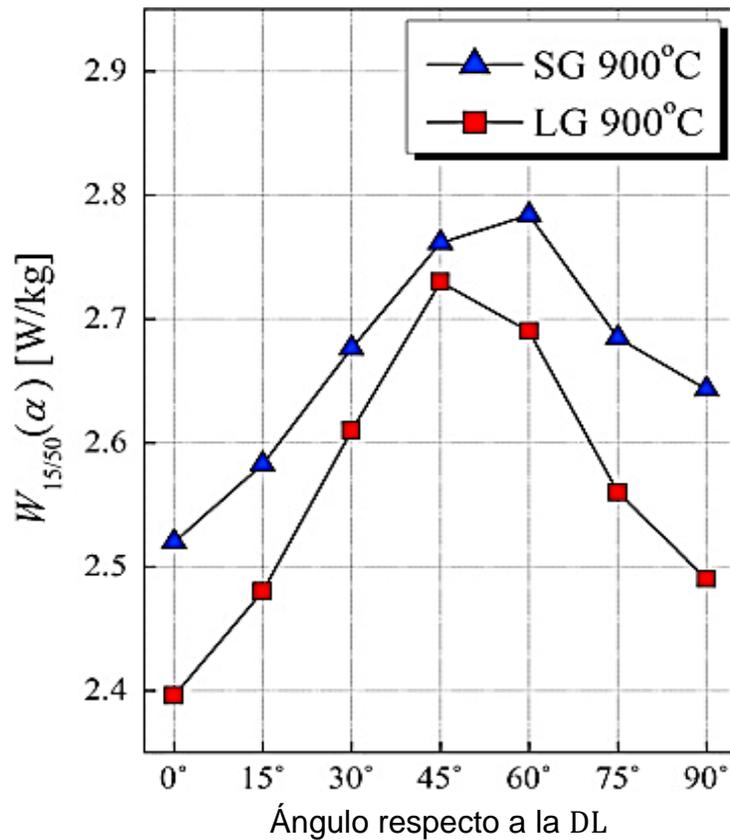


Figura I-15. Variación de las pérdidas de energía de las muestras SG y LG recocidas a 900°C [47].



Los trabajos descritos anteriormente muestran la posibilidad de modificar las características microestructurales del producto final (contenido de carbono, tamaño de grano y textura cristalográfica) mediante cambios en la microestructura del acero laminado en caliente, con lo cual se pudiera optimizar el comportamiento magnético. La reducción en el tiempo de procesamiento representa una motivación adicional importante para el desarrollo de este trabajo.



CAPÍTULO II.

Metodología para evaluar los cambios en la microestructura, el contenido de carbono y las propiedades magnéticas de aceros eléctricos no orientados en función de la ruta de procesamiento.

En el presente capítulo se describen las rutas de procesamiento empleadas para la fabricación de los aceros eléctricos GNO, así como las técnicas de caracterización utilizadas para evaluar los cambios en la microestructura, el contenido de carbono y las propiedades magnéticas.



2.1 Metodología.

La metodología se diseñó de tal forma que se pudiera establecer la contribución relativa de cada etapa de procesamiento sobre la microestructura y las propiedades magnéticas del producto final. La Figura II-1 ilustra la metodología utilizada para el desarrollo de este trabajo.

El acero eléctrico laminado en caliente utilizado como “material de partida” en este trabajo fue fabricado y proporcionado por una empresa nacional. A partir de un rollo comercial con dimensiones de 2.4 mm de espesor x 42 cm de largo x 30 cm de ancho (Figura II-2a), se cortaron muestras de 2.5 cm de ancho x 42 cm de largo con una guillotina industrial (Figura II-2b). Finalmente, a partir de estas probetas, se obtuvieron muestras de 2.5 cm de ancho x 10 cm de longitud (Figura II-2c), las cuales fueron utilizadas para el desarrollo de este trabajo de investigación.

Las muestras fueron procesadas en tres etapas. En la primera, se procesaron mediante la ruta de procesamiento típica (ruta 1); es decir, el material laminado en caliente fue laminado en frío hasta un espesor de 0.5 mm y sometido a un recocido de recristalización. En la segunda (ruta 2), las muestras de acero eléctrico laminado en caliente fueron tratadas térmicamente a 850°C durante 180 min antes de la laminación en frío. En la tercera (ruta 3), las muestras de acero laminado en caliente fueron sometidas a una deformación plástica de 15% de reducción en espesor seguida de tratamiento térmico a 850°C durante 180 min.

Los parámetros de la primera etapa fueron establecidos considerando los valores utilizados durante el procesamiento industrial para la fabricación de estos aceros. Los parámetros de los tratamientos realizados en las rutas 2 y 3, fueron establecidos con base en los resultados obtenidos por G. Hernández [26] con el fin de promover el crecimiento selectivo. Las etapas del procesamiento propuestas se realizaron con el fin de modificar la microestructura del acero laminado en caliente y de esta manera promover un incremento en el tamaño de grano y una disminución en el contenido de C.



Después del tratamiento térmico, las muestras fueron decapadas en una solución de HCl al 10% (Figura II-3) y posteriormente laminadas en frío hasta un espesor similar al obtenido a nivel industrial para este grado de acero (~0.5 mm) tal como se muestran en la Figura II-4. La laminación en frío se realizó en un molino de laboratorio HILLE Helicon MK4 (Figura II-5).

Finalmente, las muestras laminadas en frío fueron sometidas a un recocido de recristalización en un horno-mufla Thermolyne modelo 1300 (Figura II-6). Los parámetros de dicho tratamiento térmico fueron establecidos a partir de pruebas preliminares (debido a que la cinética de la recristalización depende del tamaño de grano previo, la composición química y la energía almacenada) en función de la temperatura y el tiempo de recocido.

Las temperaturas y tiempos del recocido fueron establecidas con el fin de promover la recristalización y el crecimiento de grano dentro del campo de la fase α -Fe y en la región bifásica (α -Fe + γ -Fe). En el caso de muestras sin modificación previa a la laminación en frío (ruta 1) la temperatura establecida para evaluar la recristalización fue de 660°C, y la temperatura para el crecimiento de grano fue 115°C más alta es decir 775°C. La temperatura para evaluar la recristalización en muestras procesadas mediante las rutas 2 y 3 fue de 710°C, y para evaluar el crecimiento de grano fue de 825°C (115°C más alta que la utilizada para el seguimiento de la recristalización).

Para las tres rutas de procesamiento investigadas los tiempos para seguir el proceso de la recristalización fueron 10, 30, 60, 120, 180 y 240 s, mientras que para evaluar el crecimiento de grano los tiempos establecidos fueron 10, 30, 60, 180, 300 y 600 s. Con el fin de evaluar el crecimiento de grano, las muestras fueron previamente pintadas con pintura de zirconia para evitar la oxidación del acero y la decarburación, y así poder establecer los efectos causados por el recocido previo a la laminación en frío.

Las temperaturas de equilibrio de transformación de fase fueron determinadas mediante el uso de ecuaciones empíricas con el software JMatPro versión 8.0.

Los cambios en la composición química se determinaron mediante espectrometría de emisión óptica (OES) y espectrometría de absorción infrarroja (IRS) por combustión.



La microestructura se caracterizó mediante microscopía óptica (OM) y microscopía electrónica de barrido (SEM) y las propiedades magnéticas se midieron mediante magnetometría de muestra vibrante (VSM). A continuación se describe cada una de estas técnicas.

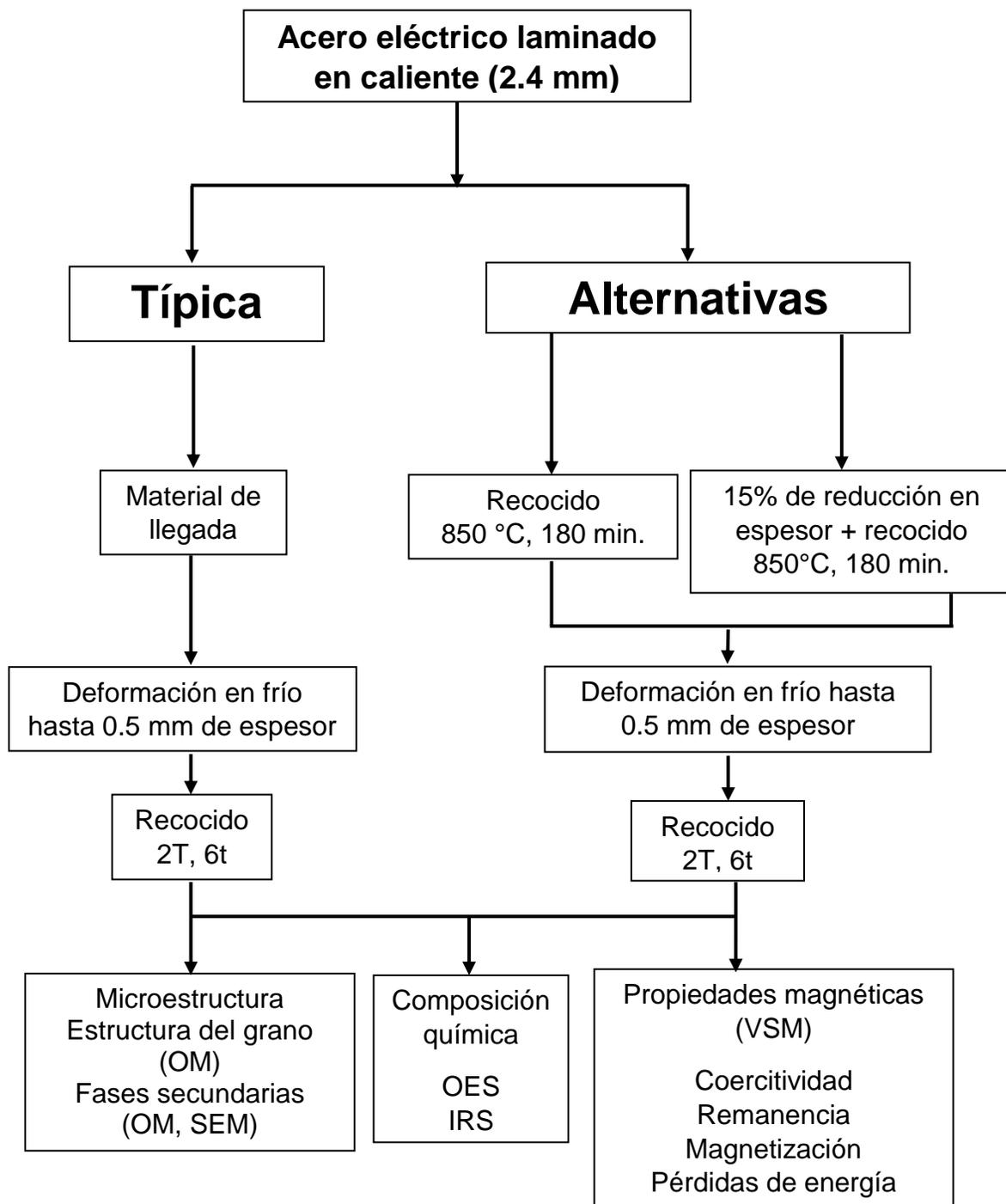


Figura. II-1. Metodología utilizada para el desarrollo de este trabajo.

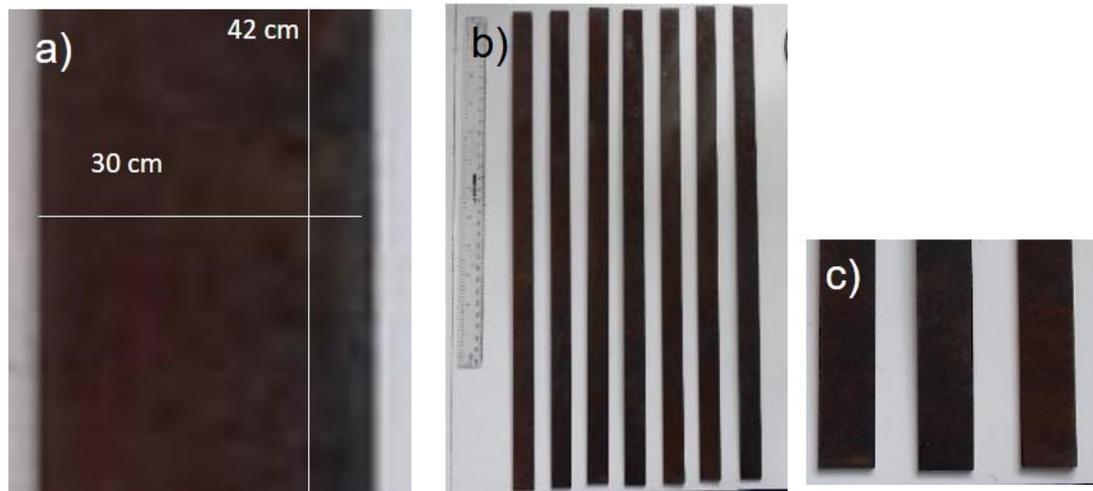


Figura II-2. a) Dimensiones del acero en condición de llegada, b) cortes para facilitar el manejo y c) muestras de 10 cm de largo x 2.5 cm de ancho utilizadas para el desarrollo de este trabajo.

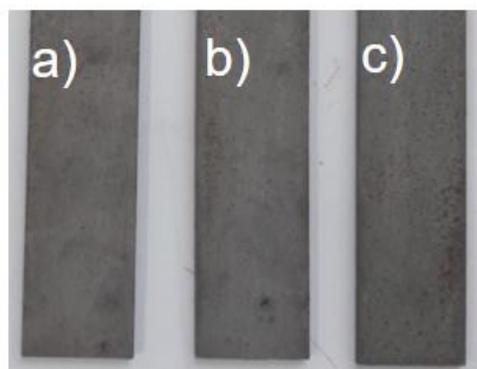


Figura II-3. Muestras decapadas en solución de HCl al 10%: a) laminado en caliente, b) laminado en caliente + recocido a 850°C por 180 min y c) laminado en caliente + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C por 180 min.



Figura II-4. Muestras obtenidas después del proceso de laminación en frío.



Figura II-5. Molino de laboratorio HILLE Helicon MK4 utilizado para la deformación en frío de las muestras.



Figura II-6. Horno mufla marca Thermolyne 1300 utilizada para realizar los tratamientos térmicos.



2.2 Técnicas de caracterización.

2.2.1 Temperaturas de equilibrio de transformación de fase.

Las temperaturas de transformación de fase A_1 ($\alpha\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe} + \gamma\text{-Fe}$) y A_3 ($\alpha\text{-Fe} + \gamma\text{-Fe} \rightarrow \gamma\text{-Fe}$) se determinaron con el software JMatPro 8.0 considerando la composición química del acero antes y después de la decarburación. El cálculo se realizó mediante el uso de ecuaciones empíricas establecidas por Kirkaldy [49] que consideran los efectos alfégenos y gammágenos de los elementos de aleación. Estas simulaciones se realizaron con el fin de conocer los efectos del contenido de carbono sobre las temperaturas de transformación de fase, y para establecer la temperatura de recocido dentro del campo de estabilidad de la fase ferrita ($\alpha\text{-Fe}$) o en la región bifásica ($\alpha\text{-Fe} + \gamma\text{-Fe}$). Finalmente, los cambios en la cantidad de ferrita y austenita durante el recocido fueron simulados en función de la composición química y de la temperatura.

2.2.2 Composición química.

Los cambios en el contenido de C se evaluaron en un determinador simultáneo de carbono y azufre (C y S) marca LECO modelo CS 230 (Figura II-7) el cual tiene una capacidad de detección de 4 ppm a 4.5%. Las mediciones se realizaron en base al método de espectrometría de absorción infrarroja (IRS) por combustión de acuerdo a las especificaciones de la norma ASTM E-1019 [50]. Los análisis se realizaron por triplicado, de tal forma que el valor reportado es el promedio obtenido a partir de 3 mediciones. Los contenidos de los elementos restantes fueron determinados mediante espectrometría de emisión óptica (OES) de acuerdo a la norma ASTM E-415 [51]. Los análisis se realizarán en un espectrofotómetro de emisión óptica por chispa marca Spectro modelo LabS (Figura II-8). Los análisis se realizaron por duplicado en muestras de 2 cm de ancho x 2.5 cm de longitud de tal forma que el valor reportado es el promedio obtenido de las dos mediciones.



Figura II-7. Determinador simultáneo de C y S marca Leco modelo CS 230.



Figura II-8. Espectrofotómetro de emisión óptica por chispa marca Spectro modelo LabS.



2.2.3 Microestructura.

Para su observación microscópica, las muestras fueron primeramente preparadas mediante técnicas de metalografía convencionales. Montadas en resina fenólica (baquelita) y desbastadas utilizando papel abrasivo de carburo de silicio marca Struers (No. 120 a 2400). Posteriormente, las muestras fueron pulidas con pasta de diamante (3, 1 y $\frac{1}{4}$ μm), y finalmente con sílica coloidal (0.05 μm).

Para revelar la microestructura, las muestras fueron atacadas químicamente con una solución de Nital 10% mediante inmersión. La caracterización de la microestructura se realizó mediante microscopía óptica (OM) y microscopía electrónica de barrido (SEM).

La morfología de las fases secundarias se observó en un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6610LV (Figura II-9). Los análisis mediante microscopía óptica se realizarán en un microscopio óptico Olympus GX51 (Figura II-10). Los cambios de la microestructura fueron evaluados en secciones paralelas a la dirección de laminación mediante análisis de imágenes con ayuda del programa *Stream Essentials*.

El tamaño de grano promedio se midió mediante el método de intercepción utilizando patrones circulares en base a la norma ASTM E-112 [52] como se muestra esquemáticamente en la Figura II-11. Se realizaron 10 mediciones por muestra y se utilizaron 15 líneas en cada medición. La cuantificación de fases secundarias se realizará en el mismo microscopio mediante análisis de imágenes como se muestra esquemáticamente en la Figura II-12. El valor reportado es el promedio obtenido a partir de 15 fotomicrografías.



Figura II-9. Microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6610LV.



Figura II-10. Microscopio Olympus GX51.

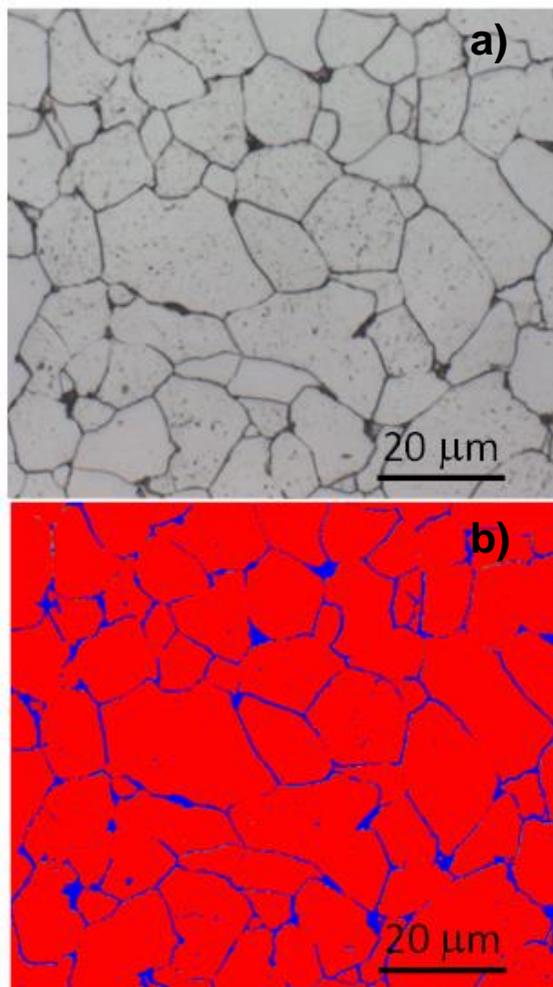


Figura II-11. Representación esquemática de la cuantificación de fases mediante análisis de imágenes con el programa Stream Essentials: a) imagen obtenida mediante OM, b) cuantificación de fases secundarias.

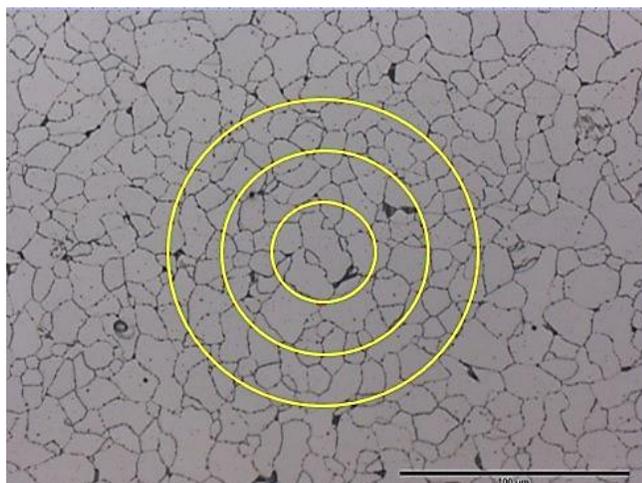


Figura II-12. Medición del tamaño de grano mediante análisis de imágenes con el programa Stream Essentials en base a la norma ASTM E-112.



2.2.3.1 Cinética de Recristalización.

Para determinar la cinética de la recristalización primeramente se graficó la fracción recristalizada en función del tiempo. Comúnmente este tipo de gráficas tienen forma sigmoïdal, debido a que son procesos controlados por difusión [53]. La fracción recristalizada se determinó a partir de las microestructuras mediante análisis de imágenes con ayuda del software Stream Essentials. La fracción de granos recristalizados fue utilizada para determinar la cinética de recristalización de acuerdo con el modelo propuesto por Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov, comúnmente conocido como JMAK [53]. La ecuación que rige el modelo puede ser escrita de la forma:

$$X_v = 1 - \exp(-At^n) \quad (2.1)$$

Donde $X_v =$ es la fracción recristalizada, A representa el periodo de incubación y n es el Exponente de Avrami.

La velocidad con la que procede la recristalización es una función del exponente n [54]. A es un factor pre exponencial, un parámetro cinético que depende de la temperatura de recocido, rapidez de la nucleación y rapidez del crecimiento de grano [55]. Para una nucleación continua y un crecimiento esférico tridimensional (3D), A tendría un valor de $\frac{\pi}{3}$ y n tendría un valor de 4 [56].

La fracción recristalizada fue utilizada en la ecuación JMAK para graficar $\ln[\ln\{1/(1 - X_v)\}]$ vs $\ln t$. A partir de la gráfica obtenida, se obtiene el exponente n mediante la pendiente de la línea recta.

2.2.3.2 Cinética de crecimiento de grano

La mayoría de las teorías de crecimiento normal de grano (crecimiento continuo) conducen a una cinética de crecimiento de la forma [57, 58]:

$$D^m - D_0^m = ct \quad (2.2)$$



donde: D = tamaño de grano promedio a un tiempo t determinado, D_0 = tamaño de grano promedio a un tiempo $t=0$, c = coeficiente cinético, m = exponente de crecimiento de grano y t = tiempo.

Se ha reportado que en condiciones ideales $m = 2$, obteniéndose un comportamiento parabólico en donde la ecuación resultante sería [59] :

$$D^2 - D_0^2 = ct \quad (2.3)$$

Sin embargo, en condiciones reales se ha encontrado que para un crecimiento de grano bajo condiciones isotérmicas el exponente es aproximadamente 0.5, por lo que la ecuación anterior puede ser expresada de la siguiente manera [59] :

$$D^{1/m} - D_0^{1/m} = ct \quad (2.4)$$

o bien,

$$D - D_0 = ct^m \quad (2.5)$$

Es importante mencionar que el valor del exponente m depende fuertemente de la composición química y la temperatura. Entonces, m puede no ser constante para un mismo material si la temperatura del tratamiento térmico cambia. Debido a esto, es importante conocer el valor del exponente de crecimiento de grano del acero eléctrico utilizado bajo las condiciones de trabajo estudiadas. A temperatura constante, la ley de crecimiento de grano dada por la Ecuación (2.5) puede utilizarse para determinar el exponente m graficando $\ln(D - D_0)$ vs $\ln t$. A partir de la gráfica obtenida, se obtuvo el exponente m , mediante la pendiente de la línea recta obtenida [26].



2.2.4 Propiedades magnéticas.

Las propiedades magnéticas de muestras laminadas en frío y tratadas térmicamente (sujetas a recocido de recristalización y de crecimiento de grano), se midieron en un magnetómetro de muestra vibrante (VSM) PPMS Dynacool.

Las dimensiones de las muestras utilizadas para estos experimentos fueron de 0.5 mm x 0.5 mm x 3 mm, de acuerdo con las especificaciones del equipo para este tipo de muestra.

El campo magnético se varió de 0 a 15,000 Oe y las propiedades fueron evaluadas a una inducción magnética de 1.5 teslas. A partir de los ciclos de histéresis obtenidos (inducción magnética vs campo magnético) se determinó la coercitividad (intersección con el eje "x"), remanencia (intersección con el eje "y"). Finalmente, se determinaron las pérdidas de energía a partir del área bajo la curva del ciclo de histéresis con el programa OriginPro 2016.



CAPÍTULO III.

Correlación entre la microestructura, contenido de carbono y propiedades magnéticas de aceros eléctricos no orientados sometidos a dos rutas de procesamiento alternativas.

En este capítulo se presentan las características microestructurales del acero eléctrico GNO laminado en caliente, así como los cambios causados por el recocido y la deformación plástica + recocido antes del proceso de laminación en frío. Asimismo, se presenta la evolución de la microestructura en las etapas de procesamiento subsecuentes y su efecto sobre las propiedades magnéticas del producto final. Finalmente, se establece la correlación existente entre las variables de procesamiento, la microestructura y las propiedades magnéticas.



3.1 Recocido previo a la laminación en frío.

A continuación, se presentan y discuten los cambios en la composición química y en la microestructura causados por el recocido previo a la laminación en frío.

3.1.1 Composición química.

La composición química de los materiales de partida se muestra en la Tabla III-1. El contenido de C en el acero eléctrico es similar al observado en los aceros de bajo carbono convencionales. Por ejemplo, el contenido de carbono en un acero AISI 1008 es alrededor de 0.08% peso [60]. Los contenidos de Si y Al son superiores a los observados en aceros de bajo carbono tradicionales. Betania [61], reportó que los contenidos de Si y Al en un acero de bajo carbono convencional (AISI 1008) son alrededor de 0.010 y 0.046% peso, respectivamente. Como se mencionó en la sección anterior, estos elementos de aleación son agregados intencionalmente al acero con el fin de incrementar la resistividad eléctrica y de esta manera, disminuir las pérdidas de energía por corrientes de eddy (ver Figura I-2).

Tabla III-1. Composición química de los materiales de partida (% en peso).

Elemento	Material laminado en caliente	LC + Recocido a 850°C, 3 h	LC + 15% de reducción + Recocido a 850°C, 3h
C	0.044	0.007	0.011
Si	0.566	0.579	0.581
Mn	0.545	0.541	0.542
Cr	0.009	0.008	0.008
Mo	0.002	0.002	0.002
Ni	0.011	0.009	0.009
Al	0.308	0.328	0.329



Como se puede observar, la muestra de acero laminado en caliente (LC) que fue sometida a recocido a 850°C por 3 h, exhibe un contenido de C significativamente más bajo (84% menos) que el observado en el material de llegada (LC) o en muestras con 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C. Adicionalmente, no se observa un cambio en el contenido de los demás elementos. La disminución en el contenido de C durante el tratamiento térmico de recocido en la región intercrítica confirma la existencia de una rápida decarburación durante el recocido.

Las muestras con 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 180 min también exhiben un contenido de carbono más bajo (74%) que el observado en el material de llegada y tampoco se observa algún cambio significativo en la concentración de los demás elementos de aleación.

Es importante mencionar que la decarburación es un proceso que se realiza intencionalmente en este tipo de aceros con el fin de remover el carbono [62]. Como se mencionó anteriormente, el carbono en solución sólida, en forma de cementita y de perlita, afecta el movimiento de los dominios magnéticos durante el proceso de magnetización. Por lo tanto, de acuerdo con los resultados obtenidos se puede observar que las dos rutas de procesamiento propuestas (recocido y 15% deformación + recocido), permiten reducir el contenido de carbono a niveles muy bajos con tiempos cortos (180 min).

Recordar que el recocido de decarburación en la ruta de procesamiento típica se realiza a temperaturas por debajo de la temperatura crítica de transformación de fase Ac_1 por tiempos mayores a 16 h. Aunque el recocido a nivel industrial se realiza a $T < Ac_1$ para evitar la transformación de fase durante el tiempo de empape, y evitar la formación de carburos durante el enfriamiento del acero [25], es claro que la rapidez de la decarburación es más rápida cuando el recocido se realiza a $Ac_1 < T < Ac_3$.



3.1.2 Temperaturas de transición de fase.

La Figura III-1 muestra el efecto de la temperatura sobre la fracción en volumen de la ferrita y la austenita en el material laminado en caliente (LC). Como se puede observar, las temperaturas de transición de fase, A_1 y A_3 , son alrededor de 726°C y 968°C , respectivamente.

Con base en estos resultados, se puede confirmar que la temperatura utilizada en el recocido previo a la laminación en frío se encuentra dentro del rango bifásico. Estos resultados son consistentes con los resultados obtenidos por G. Hernández [26], quien determinó experimentalmente mediante dilatometría que la temperatura de 850°C se encontraba dentro del rango bifásico.

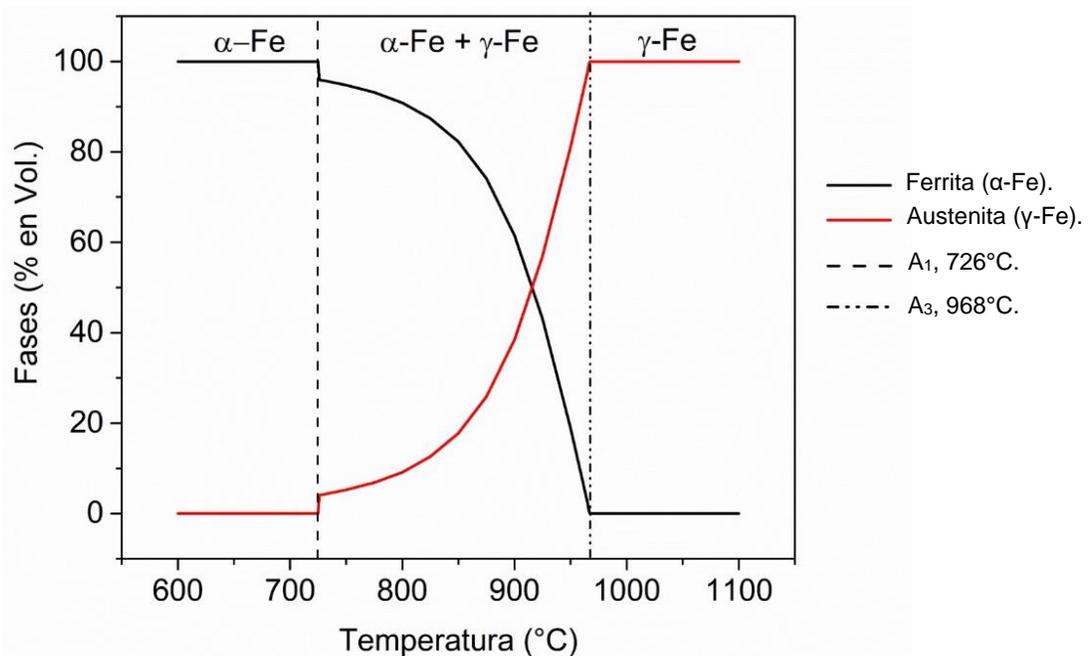


Figura III-1. Efecto de la temperatura sobre la fracción en volumen de la ferrita ($\alpha\text{-Fe}$) y la austenita ($\gamma\text{-Fe}$) en el material laminado en caliente. Simulación realizada con el JMatPro.

Las Figura III-2 y III-3 muestran el efecto de la temperatura de recocido sobre la fracción en volumen de la ferrita y la austenita en el material LC + recocido a 850°C , 3 h y LC + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C , 3 h, respectivamente. Como se puede observar, las temperaturas de transición de fase en las muestras con



recocido son alrededor de A_1 : 872°C y A_3 : 1010°C, mientras que en las muestras con 15% de reducción en espesor + recocido son A_1 : 809°C y A_3 : 1006°C.

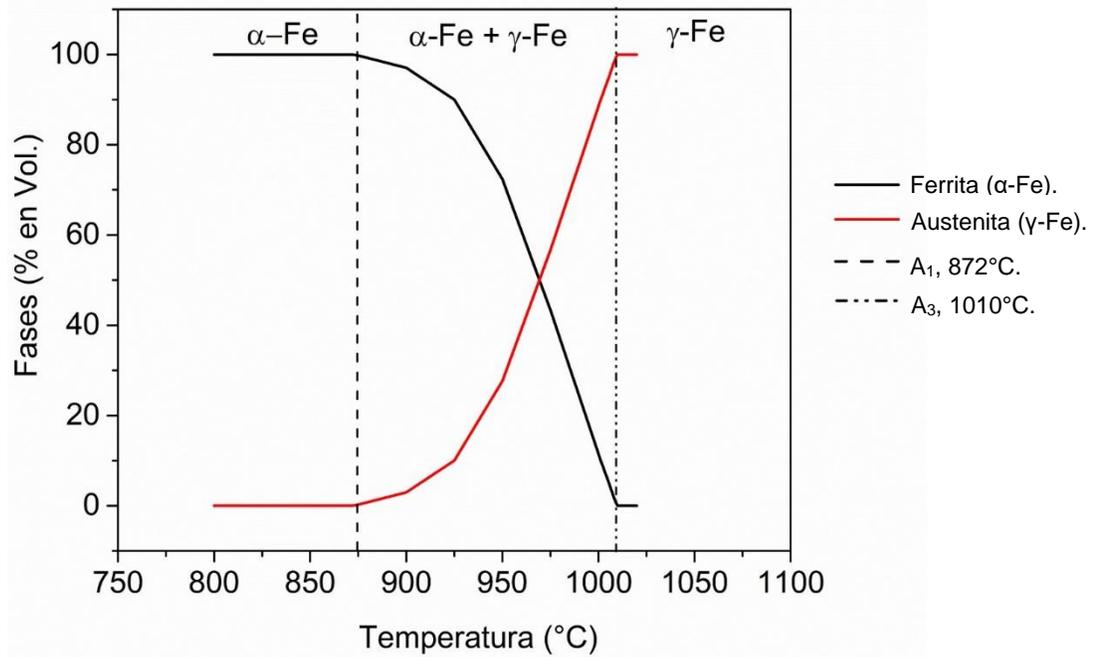


Figura III-2. Efecto de la temperatura sobre la fracción en volumen de la ferrita (α -Fe) y la austenita (γ -Fe) en el material laminado en caliente + recocido a 850°C durante 180 min. Simulaciones realizadas con JMatPro.

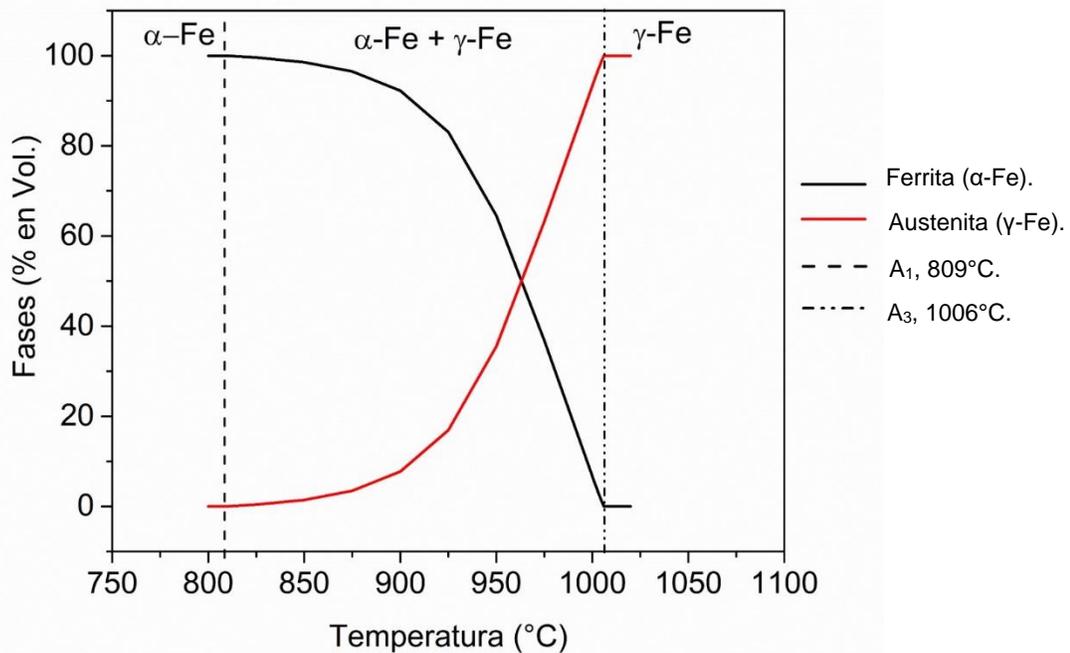


Figura III-3. Efecto de la temperatura sobre la fracción en volumen de la ferrita (α -Fe) y la austenita (γ -Fe) en el material laminado en caliente + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 180 min. Simulaciones realizadas con JMatPro.



La Figura III-4 muestra la variación de las temperaturas de transición de fase en los materiales considerados como materia prima. El aumento en las temperaturas de transición de fase en muestras con recocido está relacionado con la disminución en el contenido de C (Tabla III-1). El carbono es un elemento gammágeno, es decir, es un estabilizador de la fase austenita. Por lo tanto, al disminuir el contenido de este elemento, la nucleación de la austenita se retarda requiriendo una mayor temperatura para que ocurra dicha transformación [63, 64]. En el caso de muestras con deformación y recocido se observa una disminución en las temperaturas de transición de fase. Este comportamiento es consistente con la variación en la composición química. Como se observa en la Tabla III-1, el contenido de carbono es mayor que el observado en muestras recocidas. La transformación de austenita ocurre mediante un proceso de nucleación tanto en límites de grano de la ferrita como en límites de los carburos. A mayor contenido de carbono, mayor es la cantidad de límites para la nucleación. Por este motivo, las muestras laminadas en caliente, las cuales tienen una mayor cantidad de carburos, tienen las temperaturas de transición más bajas. Es importante mencionar que en base a los resultados que se presentan en la Figura III-4, se seleccionaron las temperaturas del recocido final para cada una de las rutas de procesamiento.

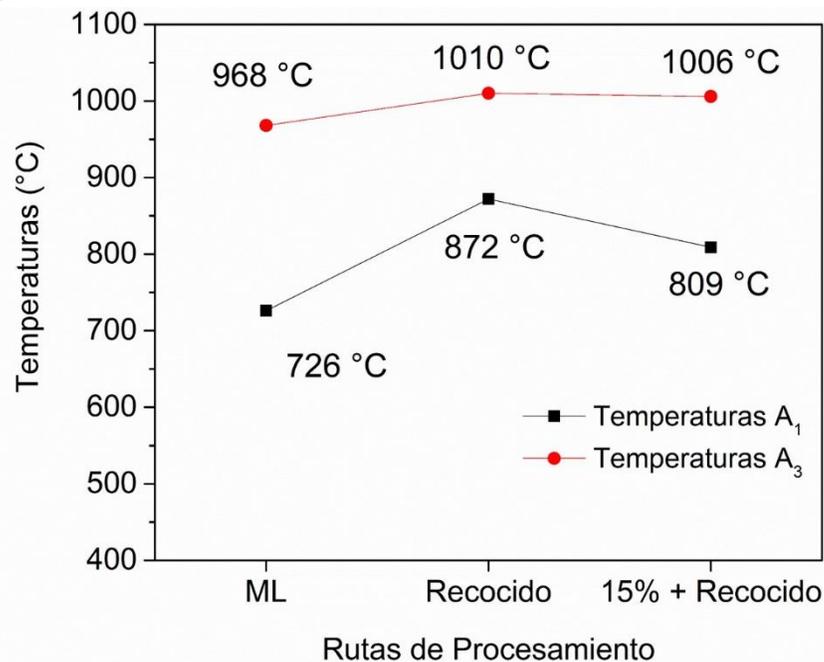


Figura III-4. Temperaturas de transformación A₁ y A₃ obtenidas mediante el software JMat Pro. Para las diferentes rutas de procesamiento empleadas.

3.1.3 Microestructura

La microestructura del material de llegada (laminado en caliente) consiste de granos de ferrita equiaxiales muy finos con un tamaño promedio de $9.9 \mu\text{m}$ (Figura III-5a). Así mismo, se aprecian regiones de perlita ($\alpha\text{-Fe} + \text{Fe}_3\text{C}$) en las uniones de granos de ferrita (Figura III-5b) y algunas partículas de Fe_3C formadas principalmente en los límites de grano de ferrita. La cantidad de partículas libres de Fe_3C + colonias de perlita fue de 4.3 %vol.

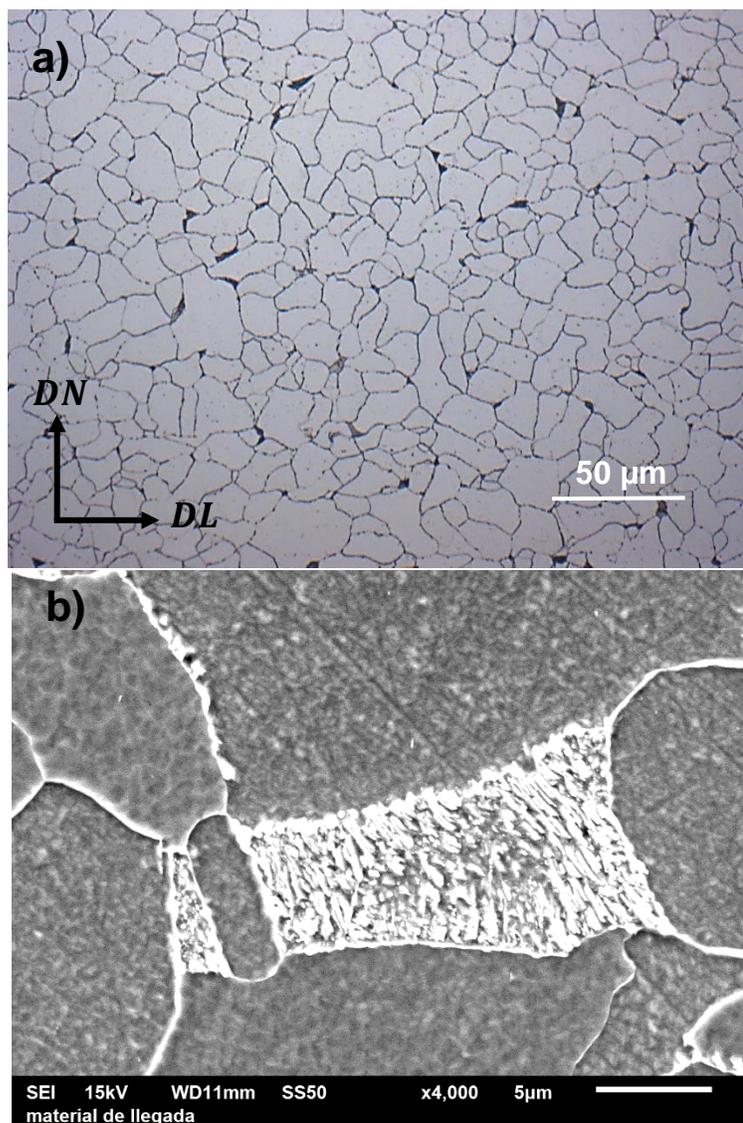


Figura III-5. Características microestructurales del acero eléctrico laminado en caliente (condición de llegada): a) distribución de tamaño de grano y b) morfología de las fases secundarias.

La Figura III-6 muestra una comparación entre las características microestructurales del acero laminado en caliente (Figs. III-6a, 6b) la resultante del recocido a 850°C, 180 min (Figs. III-6c, 6d) y la obtenida de la deformación plástica + recocido a 850, 180 min (Figs. III-6e, 6f).

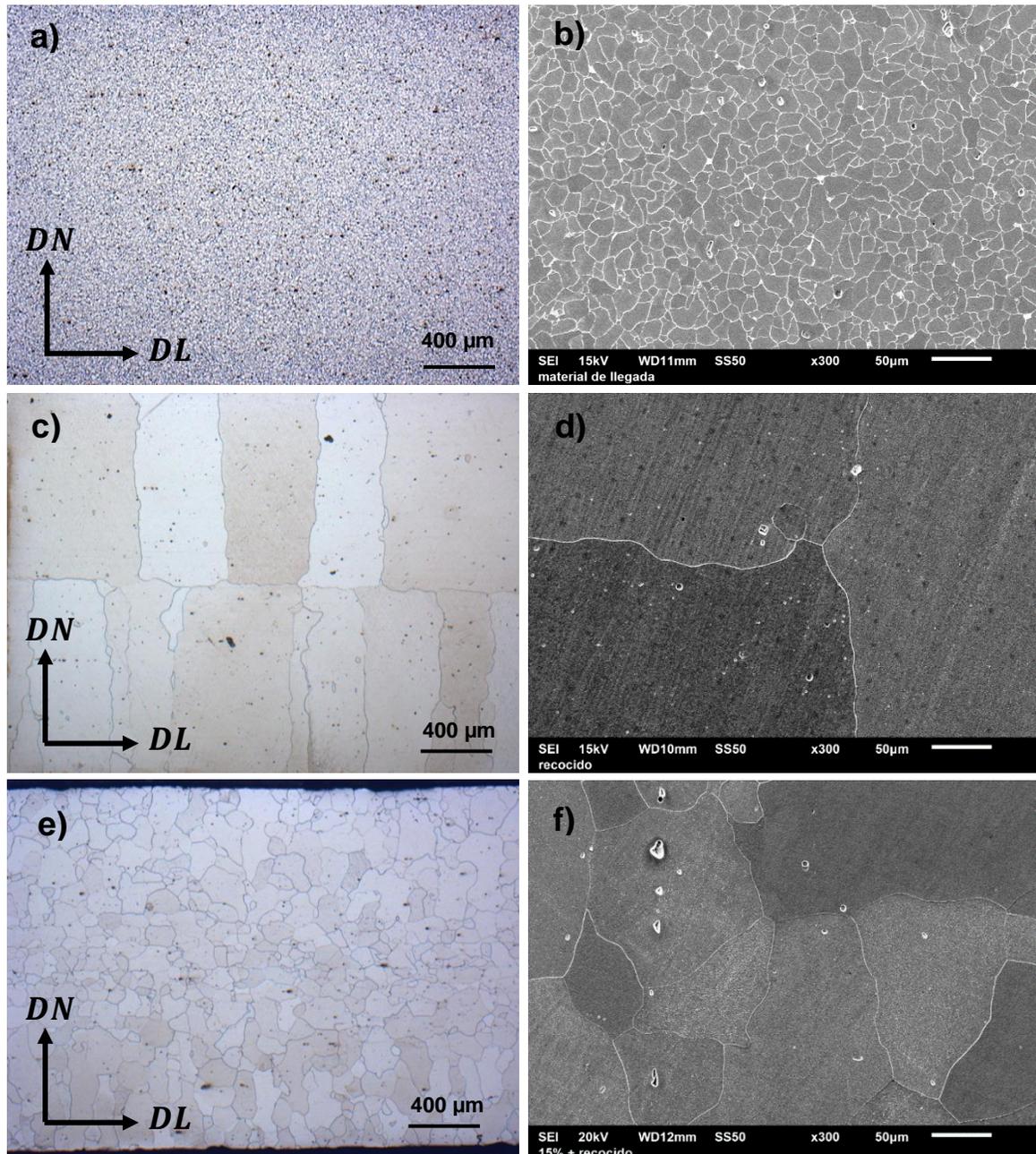


Figura III-6. Microestructura del acero obtenida antes del proceso de laminación en frío: a) y b) laminado en caliente, c) y d) laminado en caliente + recocido a 850°C durante 180 min y e) y f) laminado en caliente + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 180 min.



Como se puede observar, el recocido del material laminado en caliente a 850°C durante 180 min promueve el desarrollo de granos con morfología columnar (Figura III-6c), los cuales tienen un tamaño promedio alrededor de 400 μm . Además, se observa que la cantidad de regiones de perlita y cementita presentes en los límites de grano de la ferrita, disminuye considerablemente (0.86% vol. aproximadamente). Este resultado se relaciona con la decarburación del acero (Tabla III-1); el carbono en contacto con el oxígeno puede ser eliminado del acero en forma de CO o CO₂ [65].

El crecimiento de grano columnar en aceros eléctricos no orientados ha sido explicado en términos de la existencia de un gradiente a través del espesor del material que permite su crecimiento desde la superficie y en dirección hacia la mitad del espesor del acero. Kovac [41] atribuye este crecimiento a la existencia de un gradiente de energía almacenada en el material, como resultado de distintas orientaciones cristalográficas en la superficie y en el centro del espesor del acero. De acuerdo con los resultados obtenidos por Kovac, los granos con menor energía almacenada crecen a expensas de granos orientaciones con mayor energía, de acuerdo con el mecanismo de migración de límites de grano inducida por deformación [41].

Sidor [66] atribuye este crecimiento a la existencia de un gradiente térmico entre la superficie y el centro del acero. Si el gradiente térmico es alto, la difusión de átomos de carbono en la dirección del gradiente es rápida resultado en un crecimiento direccional de tipo columnar. Sin embargo, si el gradiente térmico es pequeño, la difusión es lenta promoviendo una morfología equiaxial. El movimiento de los límites de grano ocurre por la diferencia en la energía almacenada a través del espesor de la lámina (lo cual es consistente con lo reportado por Kovac [41]), y por el gradiente térmico. Estos dos factores provocan condiciones de no-equilibrio entre la superficie y el plano medio de la lámina de acero que dan lugar al crecimiento direccional de tipo columnar [66].

El crecimiento de grano columnar, también ha sido atribuido a la existencia de un gradiente de concentración de carbono asistido por la decarburación [65]. Cuando el recocido es realizado a temperaturas por encima de Ac₁, la decarburación de la austenita promueve la transformación $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$ debido a la pérdida de carbono. El



crecimiento columnar ocurre en una dirección paralela a la dirección de la decarburación y cesa cuando el gradiente de concentración termina [24, 65]

De acuerdo con los resultados que se presentan en las Tabla III-1 y Figura III-1, el crecimiento columnar en el acero eléctrico experimental está asociado con la decarburación del acero la cual induce la transformación de fase $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$. Estos resultados son consistentes con los reportados por Kovac [65] y E. Gutiérrez [24].

La microestructura de muestras con 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 180 min se caracteriza por la presencia de granos de ferrita con morfología equiaxial con un tamaño promedio de 77 μm (Figura III-6e, 6f). En este caso también se observa una disminución considerable en la cantidad de perlita y cementita (en comparación con el material de llegada), como resultado de la decarburación (Tabla III-1).

De acuerdo con los resultados reportados por Sidor [66], una difusión lenta del carbono durante la decarburación promueve un crecimiento de grano de tipo equiaxial. Como se observa en la Tabla III-1, la rapidez de la decarburación es más lenta que la observada en muestras que fueron sometidas únicamente al recocido. Estos resultados sugieren que el desarrollo de granos columnares requiere una rapidez decarburación crítica, y que ésta última es afectada por la deformación plástica.

Resultados similares fueron obtenidos por G. Hernández, quien investigó los efectos de la deformación plástica sobre el desarrollo de granos columnares en aceros eléctricos no orientados [26]. En su estudio, sometió muestras con 0%, 5%, 15% y 25% de reducción en espesor a un recocido realizado a 850°C durante 180 min. Las muestras con 0% y 5% de deformación plástica resultaron en microestructuras consistentes de granos columnares con tamaño grande. Las muestras con 15% de deformación exhibieron granos equiaxiales con tamaño grande, mientras que las que fueron sometidas a una reducción en espesor de 25% exhibieron granos equiaxiales con tamaño pequeño.



Los cambios en la morfología de los granos fueron explicados en función de los cambios en la energía almacenada (medidos indirectamente a partir de la de la desorientación interna de grano), causados por la deformación plástica [26]. El crecimiento columnar se desarrolló en muestras con la menor energía almacenada y fue relacionado a la existencia de un gradiente de concentración de C a través del espesor del acero y a la transformación $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$ inducida por la decarburación.

El desarrollo de granos equiaxiales grandes en muestras con 15% de deformación plástica fue explicado en términos del mecanismo de migración de límites de grano inducido por deformación (SIBM, por sus siglas en inglés). Finalmente, el desarrollo de granos de tamaño pequeño en muestras con 25% de reducción en espesor, fue atribuido a la recristalización primaria debido a una alta cantidad de energía almacenada.

Los resultados obtenidos en el presente trabajo son consistentes con los obtenidos por G. Hernández [26], y demuestran que el contenido de carbono y el tamaño de grano del acero laminado en caliente, pueden ser modificados mediante recocido en la región intercrítica (850°C, 180 min) o deformación plástica 15% + recocido (850°C, 180 min), antes del proceso de laminación en frío, con lo cual se puede mejorar el comportamiento magnético de aceros eléctricos GNO.

3.2 Cambios en la microestructura causados por la laminación en frío.

Como se explicó anteriormente, los aceros eléctricos GNO son utilizados para la fabricación de núcleos de aparatos eléctricos, aplicación para la cual se requieren bajas pérdidas de energía. De acuerdo con la Ecuación I.3, las pérdidas de energía por corrientes de eddy son inversamente proporcionales al espesor de la lámina. Aunque la mayor reducción en espesor se logra durante la laminación en caliente, el proceso de laminación en frío se realiza para darle al acero una reducción adicional y obtener láminas de menor espesor. Cabe recordar que las “muestras de partida” fueron deformadas mediante laminación en frío para obtener láminas de 0.5 mm de espesor (similar al utilizado a nivel industrial).



A continuación, se describen y se discuten los cambios en la microestructura ocasionados por la laminación en frío en las muestras de partida: a) laminada en caliente (LC), b) LC + recocido (850°C, 180 min) y c) LC + 15% de reducción en espesor + recocido (850°C, 180 min).

La Figura III-7 muestra las microestructuras obtenidas después del proceso de laminación en frío. Como se puede observar, la laminación a temperatura ambiente causó que los granos de ferrita sufrieran un alargamiento en la dirección de laminación. La longitud de estos granos dependió fuertemente del tamaño de grano antes de la deformación. Es claro que las muestras con los granos más grandes antes del proceso de laminación en frío, también resultan en granos deformados de tamaño más grande (comparar Figuras III-6 con III-7).

En el caso particular de la muestra laminada en caliente, se observan granos de ferrita deformada de tamaño pequeño. Adicionalmente, se observa que los microconstituyentes de perlita y cementita también se deforman como resultado de la laminación (Figura III-7a). Estos últimos se observan de color negro en las imágenes obtenidas mediante microscopía óptica (Figura III-7a), y de color blanco en las imágenes que se obtuvieron mediante microscopía electrónica de barrido (Figura III-7b).

En el caso de muestras que fueron sujetas a recocido, se observan granos de ferrita deformados de tamaño más grande al observado en el caso anterior (Figura III-7c). Este comportamiento está relacionado con la formación de granos columnares durante el recocido previo a la laminación en frío. El microconstituyente bifásico de perlita no se observa en estas muestras y la presencia de cementita en límites de grano es menos significativa que en el caso anterior (Figura III-7d). Como se observó en la Tabla III-1, las muestras con recocido exhiben una decarburación muy intensa. Por lo tanto, la mayor cantidad de perlita presente en el material de llegada es eliminada durante la decarburación. Finalmente, se observa la presencia de bandas de deformación dentro de algunos granos de ferrita (Figura III-7d).

En el caso de muestras con 15% de reducción en espesor + recocido, se observan granos deformados de tamaño de grano más grande que el observado en el material



de llegada, pero más pequeño que el observado en muestras con recocido (Figura III-7e). Al igual que muestras con recocido previo, no se observa la presencia de perlita (Figura III-7f), pero si es claro la presencia de bandas de deformación en algunos granos de ferrita.

Durante la deformación, la microestructura del metal cambia de muchas maneras, los granos cambian su forma y hay un incremento en el área total del límite de grano [67]. Esta nueva área tiene una gran cantidad de dislocaciones que son creadas durante el proceso de deformación. Las dislocaciones y una pequeña contribución de vacancias e intersticios representan la energía almacenada de deformación, o en otras palabras, es la fuerza impulsora para el proceso de recristalización que tiene lugar durante el recocido subsecuente [53]. A mayor densidad o cantidad de dislocaciones, mayor es la energía almacenada en el material [67].

Durante la deformación de un metal policristalino, la orientación de los granos individuales cambia en relación al esfuerzo aplicado. Esos cambios no son al azar e involucran rotaciones directamente relacionadas con la cristalografía de la deformación, dando como consecuencia una orientación preferencial o textura que se hace más fuerte a medida que la deformación procede [67].

Durante la deformación se forman zonas conocidas como bandas de deformación, como las observadas en las Figuras III-7b, III-7d y III-7f, que son regiones de diferente orientación dentro de un grano como consecuencia de esfuerzos no homogéneos transmitidos por granos vecinos o por inestabilidad intrínseca del grano durante la deformación plástica. Las bandas de deformación resultantes, deforman sobre diferentes sistemas de deslizamiento y puede desarrollar orientaciones ampliamente divergentes [67].

Debido a que las bandas de deformación son regiones altamente deformadas, se puede establecer que aquellos las muestras con un mayor número de bandas, por ejemplo, las muestras sin tratamiento térmico antes de la laminación en frío, presentan una mayor energía almacenada. Como se mencionó anteriormente esta energía representa la fuerza impulsora para el proceso de recristalización. Es claro que dicha energía puede ser modificada mediante las rutas procesamiento propuestas si se

considera la distinta cantidad en los granos con bandas de deformación (Figuras III-7a, III-7c y III-7e).

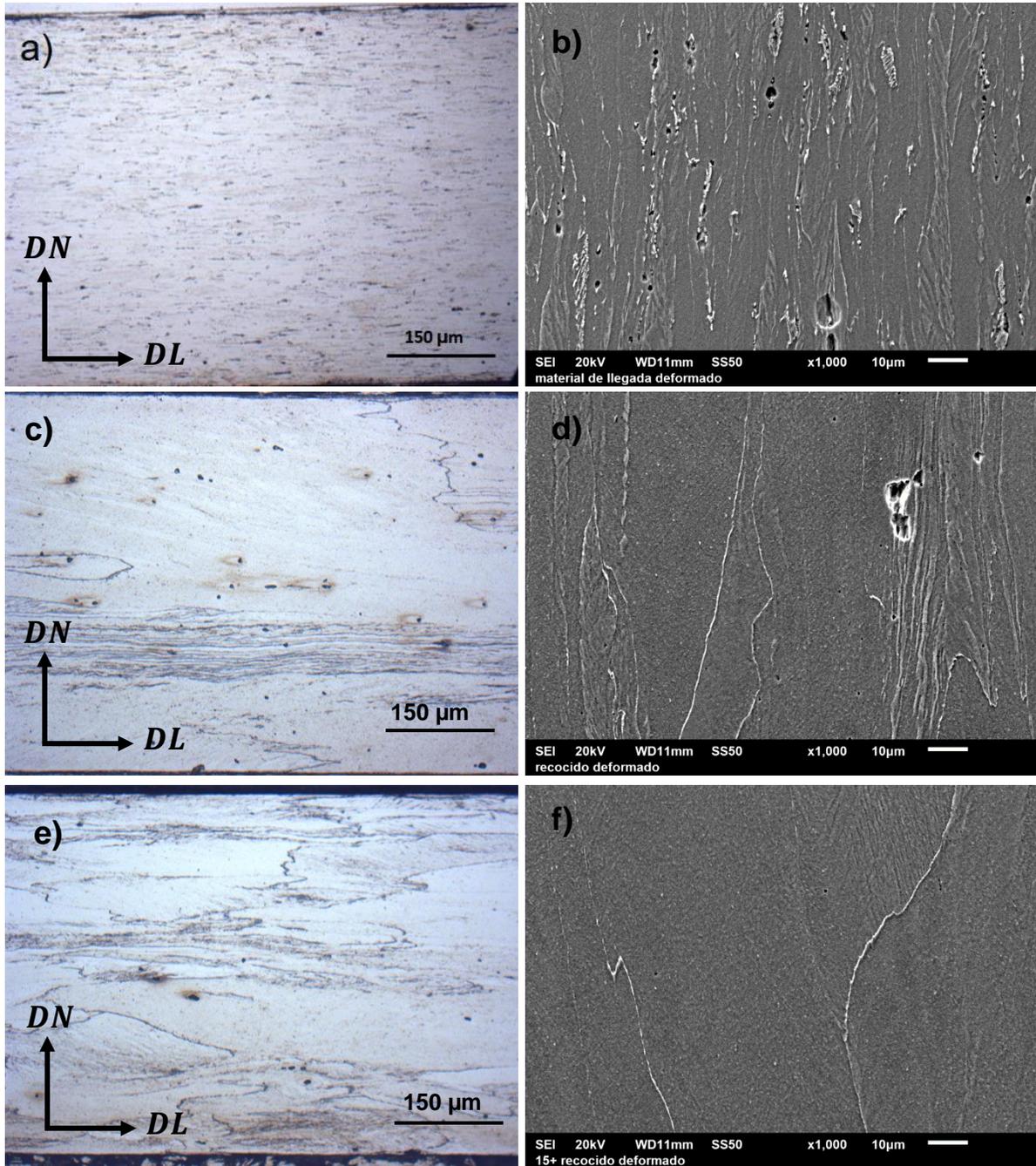


Figura III-7. Microestructura resultante del proceso de laminación en frío con condición de procesamiento previa: a) y b) laminado en caliente, c) y d) laminado en caliente + recocido a 850°C durante 180 min y e) y f) laminado en caliente + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 180 min.



3.3 Recristalización y crecimiento de grano durante el recocido final.

A continuación, se presenta la evolución de la microestructura durante el recocido realizado después del proceso de laminación en frío. La temperatura utilizada para lograr el 100% de la recristalización fue de 660°C para el caso de muestras sin tratamiento térmico previo a la laminación en frío, y de 710°C para las muestras que fueron sometidas a recocido (850°C, 180 min) y 15% de reducción en espesor + recocido (850°C, 180 min) antes del proceso de laminación.

Para promover el crecimiento de grano, se incrementó la temperatura 115°C en las 3 condiciones y se investigó el efecto de tiempos más prolongados.

3.3.1 Recristalización.

La recristalización es un proceso activado térmicamente que involucra la formación de nuevos granos libres de deformación. Durante la deformación a temperatura ambiente, parte de la energía mecánica se pierde en forma de calor, sin embargo, otra parte se queda almacenada en el material en forma de defectos cristalinos. Esta energía almacenada representa la fuerza impulsora para el proceso de recristalización. A mayor energía almacenada, la recristalización ocurre más rápido [53].

La Figura III-8 muestra la evolución de la microestructura de muestras sin tratamiento térmico previo a la laminación en frío durante el recocido final a 660°C. Después de 10 s de recocido no se observa algún cambio significativo en la microestructura del material deformado (Figura III-8a). Se observan granos alargados en la dirección de laminación. Con el incremento en el tiempo de recocido, se observa un aumento en la fracción de granos recristalizados; ésta se incrementa de aproximadamente 15% hasta alrededor de un 37% después de 30 s (Figura III-8b) y 60 s (Figura III-8c) de recocido, respectivamente. La fracción recristalizada en muestras con 120 s se incrementa hasta casi un 80% (Figura III-8d), y después de 180 s se observa una microestructura completamente recristalizada (Figura III-8e). Después de 240 s se observa el tamaño de grano recristalizado es similar al observado en el caso anterior (Figura III-8f).

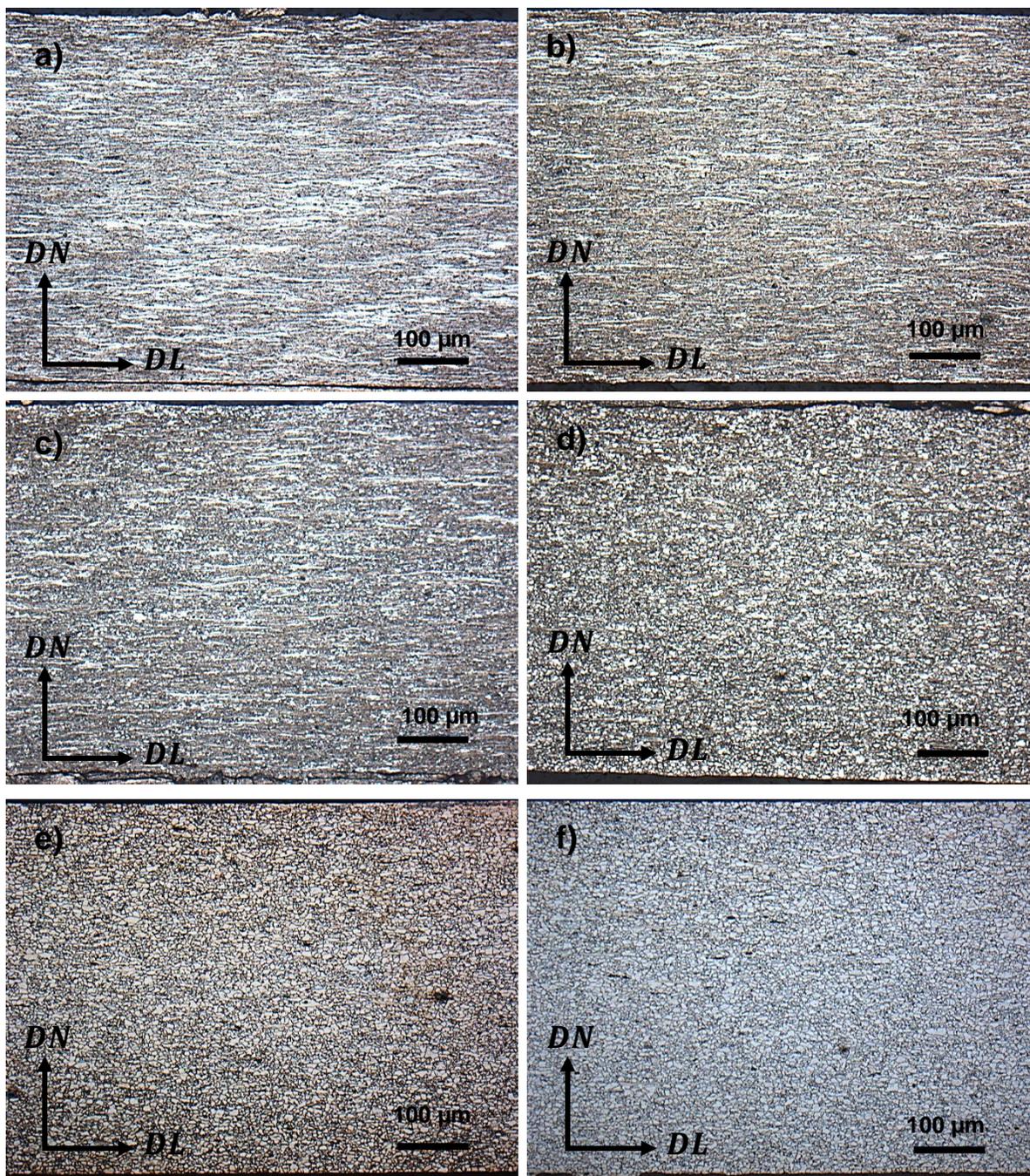


Figura III-8. Evolución de la microestructura en muestras sin tratamiento térmico previo a la laminación en frío y con recocido después de la deformación a 660°C: a) 10 s, b) 30 s, c) 60 s, d) 120 s, e) 180 s y f) 240 s.



Las Figuras III-9 y III-10 muestran la evolución de la microestructura durante el recocido final a 710°C de muestras con recocido (850°C, 180 min) y sujetas a 15% deformación plástica + recocido (850°C, 180 min) antes de la laminación en frío, respectivamente.

En el primer caso, se observa que después de 10 s existe una fracción recristalizada de aproximadamente 4% (Figura III-9a). Con incrementos en el tiempo de recocido la fracción recristalizada también se incrementa, siendo alrededor de 13% (Figura III-9b), 42 % (Figura III-9c) y 80% (Figura III-9d), después de 30 s, 60 s y 120 s, respectivamente. Las muestras recocidas por 180 s exhiben una microestructura recristalizada con granos de tamaño más grande en la superficie, lo cual indica que el crecimiento de grano ha ocurrido (Figura III-9e). Este efecto es más significativo en muestras recocidas por 240 s, en este caso se observa una mayor cantidad de granos de tamaño más grande (Figura III-9f).

La Figura III-10 muestra la evolución de la microestructura durante el recocido final a 710°C de muestras sujetas a 15% de reducción en espesor + recocido 850°C, 180 min antes de la deformación en frío. El material recocido por 10 s permanece prácticamente sin cambio (Figura III-10a). Para tiempos de recocido mayores, se observa un incremento en la fracción recristalizada, siendo alrededor 16% (Figura III-10b), 46% (Figura III-10c), 81% (Figura III-10d) y 92 % (Figura III-10e) después de 30 s, 60 s, 120 s y 180 s, respectivamente. Finalmente, el recocido por 240 s resulta en una microestructura formada por granos completamente recristalizados (Figura III-10f).

Para una cantidad de deformación plástica determinada, la temperatura de recristalización se incrementa con incrementos en el tamaño de grano previo a la deformación [53]. Esto se relaciona con el hecho de que los límites de grano son sitios preferenciales para el proceso de nucleación; por lo tanto, un tamaño de grano inicial más grande representa una menor cantidad de sitios resultando en una recristalización más lenta [53]. Como se observa en las Figuras III-9 y III-10, la recristalización de muestras con tamaño de grano inicial más grande, es más lenta que la observada en muestras con tamaño de grano inicial más pequeño (Figura III-8). Es claro que la temperatura de recristalización en muestras con tamaño de grano inicial más grande



es mayor (710°C) que la de muestras con tamaño de grano inicial más pequeño (660°C).

Como se mostró en las Figs. III-7a y III-7b, las muestras sin tratamiento térmico previo exhibieron una mayor cantidad de bandas de deformación y un tamaño de grano deformado más pequeño después de la laminación en frío. Como se mencionó anteriormente, tanto las bandas de deformación como la presencia de granos con tamaño menor, representan regiones de mayor energía almacenada. Debido a que esta energía representa la fuerza impulsora para la recristalización, se espera que la rapidez de la recristalización sea más rápida.

Como se observa en las Figuras III-8 las muestras sin tratamiento térmico previo a la laminación en frío, recristalizan más rápido (y a una temperatura de recocido final más baja), que las muestras con tamaño de grano más grande y menor cantidad de bandas de deformación (Figuras III-9 y III-10). Es claro que los granos deformados que recristalizan al final no presentan bandas de deformación (Figuras III-9d y III-10e).

Las diferencias entre los tamaños de grano resultantes del recocido final de muestras sin y con tratamientos previos a la laminación en frío, están relacionadas con el tamaño de grano previo a la laminación en frío. Un tamaño de grano inicial más pequeño promueve una nucleación rápida pero un crecimiento lento, debido a la presencia de un mayor número de sitios para que ocurra dicho proceso. Como resultado, se obtienen granos con tamaño pequeño (Figura III-8). Por el contrario, un tamaño de grano inicial más grande resulta en un proceso de nucleación más lento y un crecimiento más rápido, promoviendo la formación de granos recristalizados con tamaño más grande, como se observa en las Figuras III-9 y III-10.

La Figura III-11 muestra las microestructuras resultantes del recocido de recristalización (4 min) a partir de las tres rutas de procesamiento investigadas. Como se puede apreciar, las muestras que no fueron modificadas antes del proceso de laminación en frío, exhiben un tamaño de grano considerablemente más pequeño (Figura III-11a y III-11b) que el observado en muestras con recocido previo (Figs. III-11c y III-11d) y que el de muestras con 15% de reducción en espesor + recocido (Figura III-11e y III-11f). Además, se observa que la fracción en volumen de perlita y

cementita también es mayor (comparar Figura III-11b con III-11d y III-f). La mayor cantidad de carburos en muestras sin modificación previa está relacionada con el hecho de que en estas muestras no se promovió la decarburación (Tabla III-1).

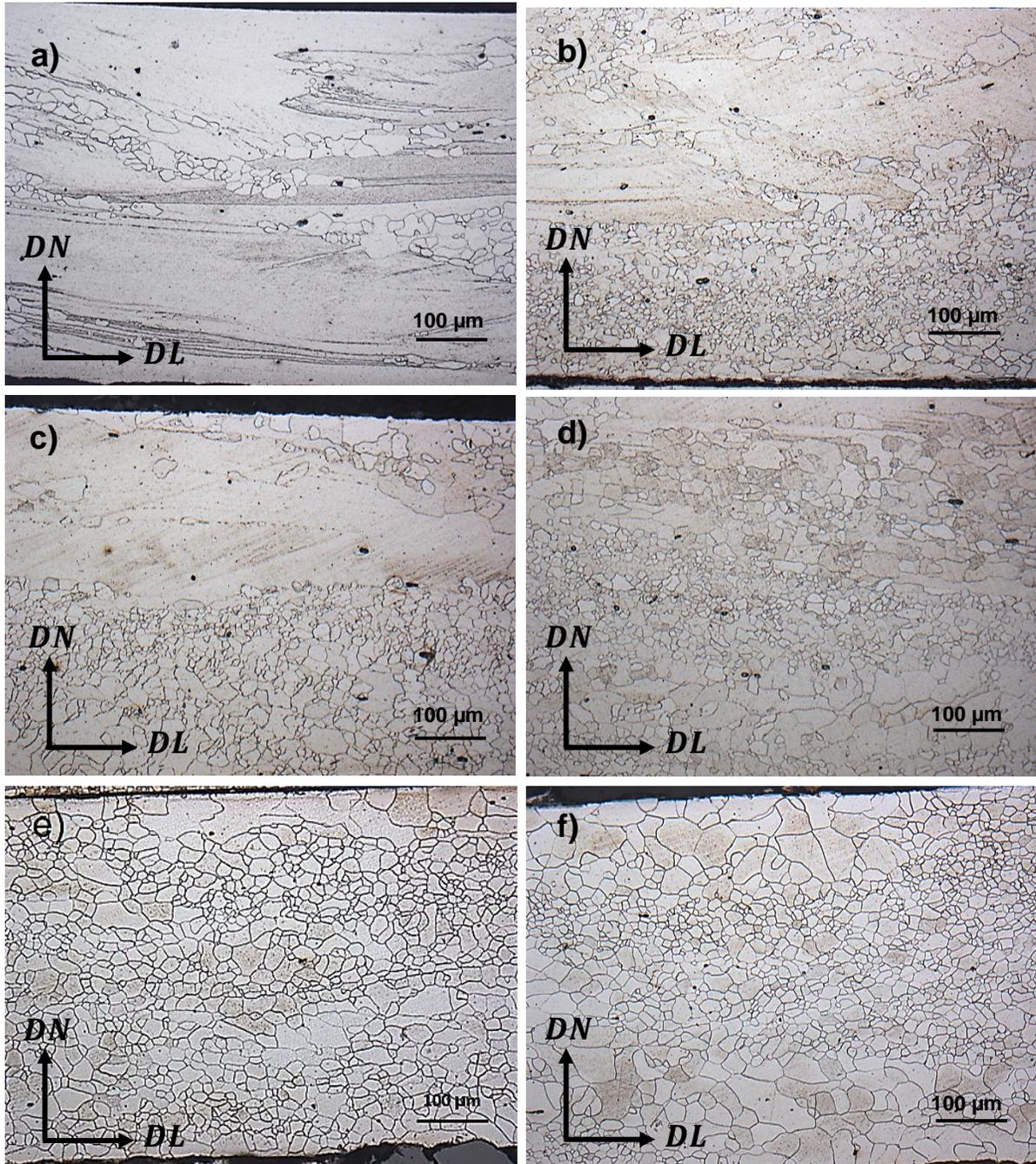


Figura III-9. Evolución de la microestructura en muestras con recocido a 850°C, 180 min antes de la laminación en frío y con recocido después de la deformación a 710°C: a) 10 s, b) 30 s, c) 60 s, d) 120 s, e) 180 s y f) 240 s.

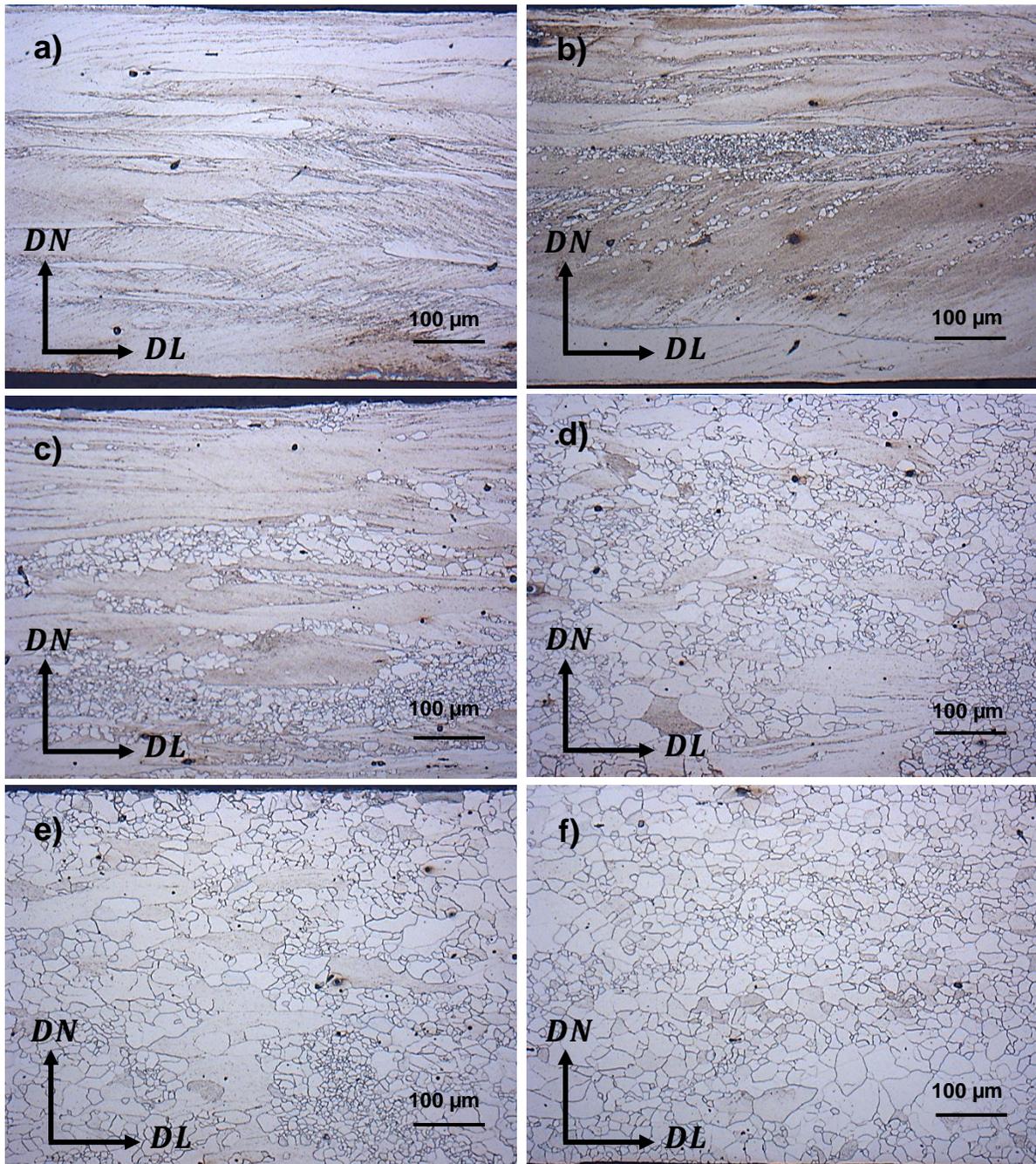


Figura III-10. Evolución de la microestructura en muestras con 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C, 180 min antes de la laminación en frío y con recocido después de la deformación a 710°C durante: a) 10 s, b) 30 s, c) 60 s, d) 120 s, e) 180 s y f) 240 s.

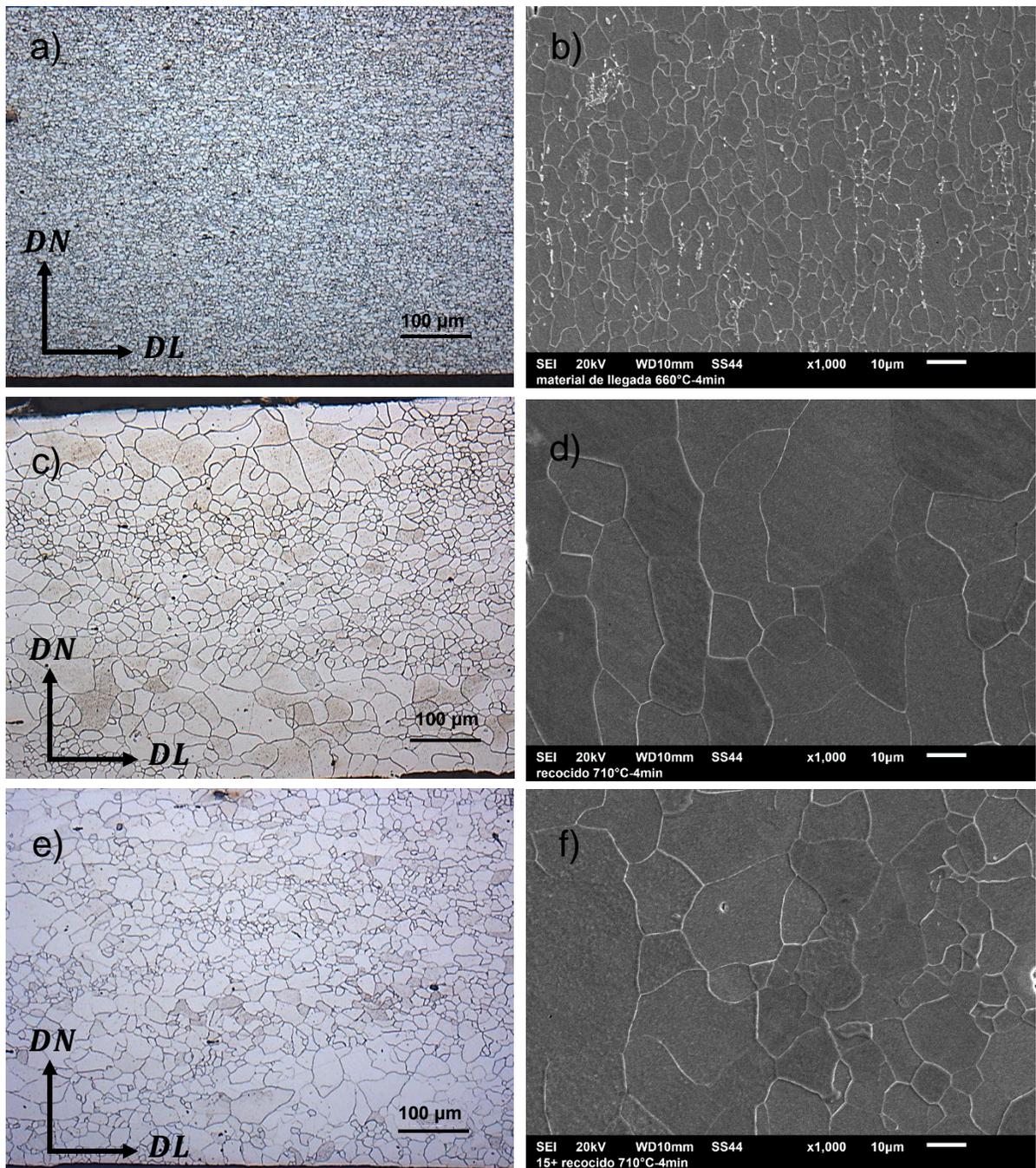


Figura III-11. Microestructuras de recrystalización obtenidas después de 4 min de recocido: a, b) sin modificación previa (recocido final 660°C) y c, d) con recocido previo a 850°C, 180 min y e, f) con 15% de reducción en espesor + recocido previo a 850°C, 180 min (recocido final 710°C).



3.3.2 Cinética de la recristalización.

La Figura III-12 muestra la evolución de la fracción recristalizada durante el recocido final para las tres condiciones de procesamiento investigadas. En general, para una temperatura dada, la fracción de granos recristalizados se incrementa con el aumento en el tiempo de recocido.

Para un tiempo de recocido determinado, la fracción de granos recristalizados es mayor en muestras que no fueron sujetas a alguna modificación antes de la laminación en frío, aún y cuando la temperatura de recristalización fue más baja (III-12a). Asimismo, las muestras con recocido previo (III-12b) exhiben una fracción recristalizada mayor que la observada en muestras con 15% de reducción + recocido (III-12c). Aunque estas muestras fueron recocidas a la misma temperatura, se observa que las que estuvieron sujetas únicamente a recocido previo, exhiben una mayor rapidez de recristalización que las muestras con deformación plástica previa + recocido, aun y cuando estas últimas presentaron un tamaño de grano inicial menor.

Debido a que ambas presentaron una baja cantidad de bandas de deformación, el resultado obtenido puede estar relacionado con la menor cantidad de carbono en las muestras con recocido a 850°C, 180 min. Durante la recristalización, los átomos de impurezas se segregan e interaccionan preferentemente con límites de granos recristalizados disminuyendo sus moviidades; esto da como resultado una disminución en la velocidad de recristalización [53]. Es debido a esto que los metales puros recristalizan a temperaturas menores que las aleaciones. Por lo tanto, el mayor contenido de carbono puede afectar la rapidez de la recristalización como se observa al comparar los resultados de las Figuras III-12b y III-12c [53].

Los valores experimentales de la cinética son usualmente comparados con la ecuación JMAK graficando $\ln\{\ln[1/(1 - X_v)]\}$ vs $\ln t$, a partir de los datos de la Figura III-12. A partir de esta gráfica se obtiene una línea donde la pendiente corresponde al exponente n (constante cinética) [53].

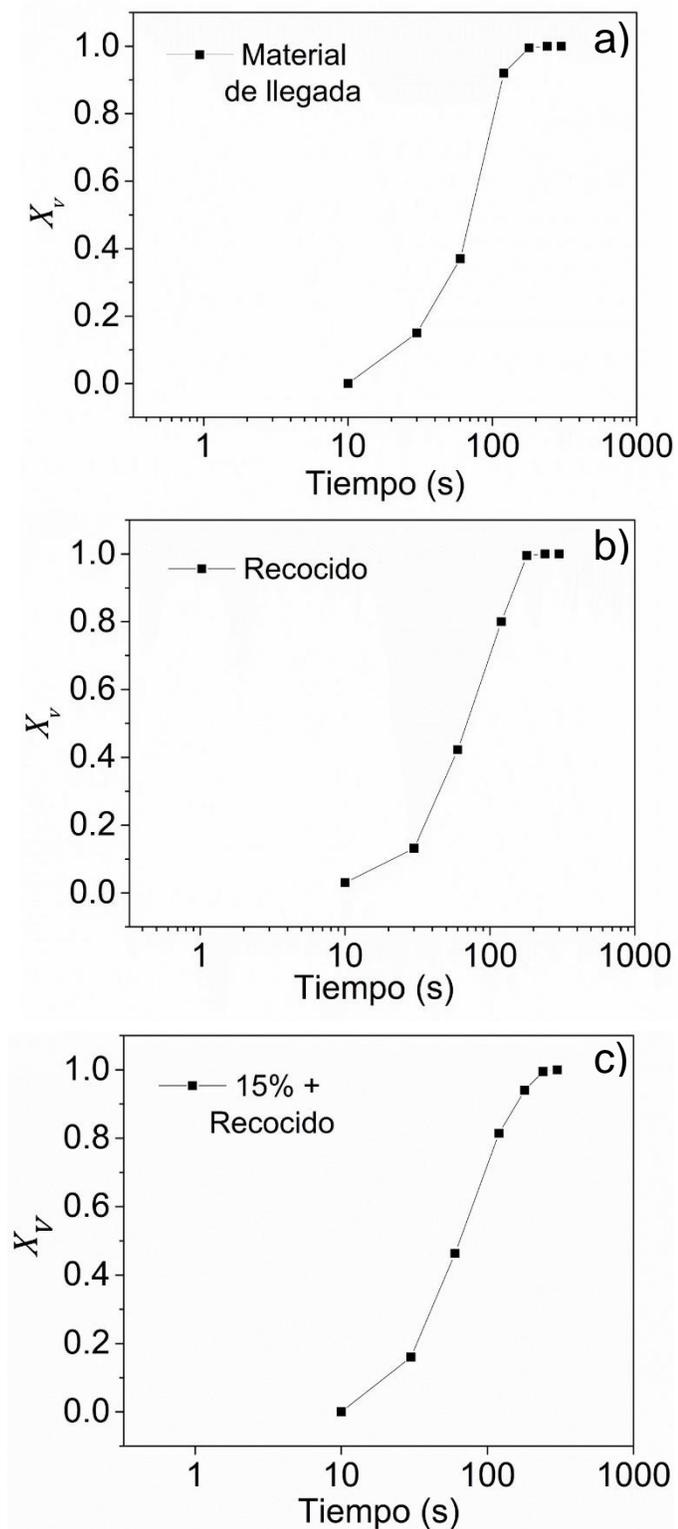


Figura III-12. Fracción recristalizada durante el recocido final: a) sin modificación y recocido final a 660°C, b) Con recocido previo a 850°C, 180 min y recocido final a 710°C, c) con 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C, 180 min y recocido final a 710°C



La Figura III-13 muestra las gráficas $\ln[\ln\{1/(1 - X_v)\}]$ vs $\ln t$ obtenidas en muestras sin modificación previa a la laminación en frío (Figura III-13a), con recocido previo (Figura III-13b) y con 15% reducción en espesor + recocido antes de la laminación (Figura III-13c). Como se puede observar en estas figuras, los datos experimentales exhiben una tendencia lineal. Para una aleación en particular (misma composición química, y mismas características microestructurales); por lo general, el incremento en la temperatura causa un incremento en el valor del exponente de Avrami (n) y una disminución en el periodo de incubación (A), lo cual indica que la nucleación ocurre más rápido [59]. Los resultados de la Tabla III-2 muestran que las constantes cinéticas determinadas experimentalmente en el acero procesado mediante las distintas rutas, son en general más altas en muestras en las cuales no se realizó alguna modificación química o microestructural antes de la laminación en frío. En primera instancia se pudiera decir que las muestras con tamaño de grano más pequeño (Figura III-6), mayor cantidad de bandas de deformación (Figura III-7) y mayor contenido de carbono (Tabla III-1), recristalizan primero considerando que exhiben un valor de n más alto. Sin embargo, es necesario mencionar que las variaciones en las constantes cinéticas no pueden ser comparadas entre sí puesto que las características microestructurales y químicas de los materiales de partida son completamente diferentes. Por ejemplo, aunque el periodo de incubación en las muestras sujetas a la ruta 1 (recocidas a 660°C) es mayor que en las muestras sometidas a las rutas 2 y 3 (recocidas a 710°C) pudiera esperarse que, si éstas últimas fueran recocidas a 660°C, el periodo de incubación sería mayor al obtenido en la ruta 1.

Tabla III-2. Constantes cinéticas de recristalización para las tres rutas de procesamiento investigadas.

Constantes cinéticas de la recristalización	Sin modificación (Ruta 1)	Recocido 850°C, 180 min (Ruta 2)	15% + recocido 850°C, 180 min (Ruta 3)
	Temperatura de recocido de recristalización		
	660°C	710°C	710°C
n	1.94	1.81	0.68
A	8.51	7.90	3.05

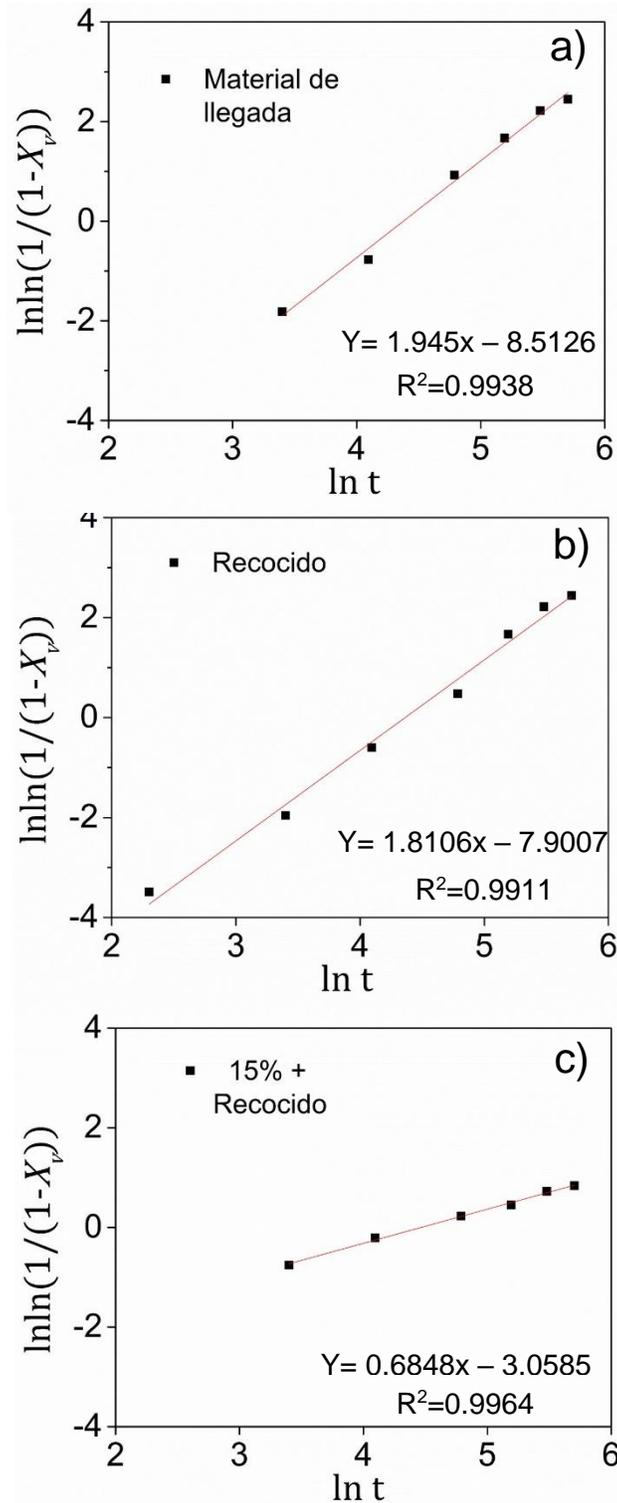


Figura III-13. Gráfica $\ln \ln \{1/(1-X_v)\}$ vs $\ln t$ en muestras: a) sin modificación, b) con recocido a 850°C, 180 min y c) con 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C, 180 min previo a la laminación en frío.



3.3.3 Crecimiento de grano.

Después de que la recristalización primaria concluye, es posible que el crecimiento de grano ocurra debido a que el material aún tiene regiones de alta energía (fronteras de grano). Mientras que la fuerza impulsora para que ocurra la recristalización primaria es la energía almacenada durante del trabajado en frío, la fuerza impulsora para que ocurra el crecimiento de grano es la energía almacenada entre fronteras de grano [68]. La coalescencia de granos durante el recocido permite no solo el crecimiento de los mismos sino también una condición energética más estable [68].

La importancia de determinar la cinética de crecimiento de grano en aceros eléctricos GNO, radica en el hecho de que el tamaño de grano juega un papel muy importante en el comportamiento magnético de estos materiales. Debido a que el crecimiento de grano es un proceso activado térmicamente, el efecto de la temperatura es importante. Como se mencionó anteriormente, el criterio para investigar el efecto de dicha variable fue realizar el tratamiento térmico 115°C por encima de la temperatura de recristalización.

Por lo tanto, en el caso de muestras procesadas mediante la ruta 1, la temperatura del recocido establecida para evaluar el crecimiento de grano fue de 775°C . De acuerdo con los resultados que se presentan en las Figuras III-1 y III-4, el recocido a esta temperatura en el acero sin decarburación se encuentra a temperaturas dentro del rango bifásico.

En el caso de muestras que fueron modificadas mediante recocido (850°C , 180 min) y 15% de reducción en espesor + recocido (850°C , 180 min) antes de la laminación en frío, la temperatura seleccionada fue de 825°C . En el primer caso, el recocido es realizado a temperaturas dentro del campo de estabilidad de la fase ferrita (Figuras III-2 y III-4), mientras que en el segundo caso dentro del rango bifásico (Figuras III-3 y III-4). El establecimiento de la temperatura de recocido para el crecimiento de grano se realizó para investigar el efecto de la transformación de fase sobre el tamaño de grano resultante.



En el caso de las muestras procesadas mediante la ruta 1 “sin modificación previa a la laminación”, se observa un cambio muy pequeño en el tamaño de grano para los tiempos de recocido estudiados. Después de 10 s de recocido, el tamaño de grano fue de 6.5 μm (Figura III-14a), y se incrementa hasta 7.4 μm después de 600 s (Figura III-14f). El recocido de estas muestras promueve un crecimiento continuo conocido como crecimiento normal de grano, que resulta en una distribución de tamaños de grano homogénea (Figura III-14).

Para un tiempo determinado, las muestras procesadas mediante la ruta 2 “con recocido previo a la laminación en frío a 850°C, 180 min” exhiben un tamaño de grano más grande que el observado en muestras procesadas mediante la ruta 1 (comparar Figuras III-14 y III-15). El tamaño de grano promedio es alrededor de 30 μm después de 10 s de recocido, y alrededor de 64 μm después de 600 s (Figura III-15f). Aunque para tiempos menores o iguales a 60 s se observa una distribución de tamaños de grano más homogénea, para tiempos más prolongados se observa una distribución más heterogénea (Figuras III-15d, III-15e y III-15f). Este crecimiento de tipo discontinuo, es conocido como crecimiento anormal de grano y se caracteriza por que algunos granos crecen preferencialmente a una velocidad más rápida [68].

Los factores que promueven el crecimiento discontinuo son: a) la temperatura, debido a que el crecimiento de grano involucra la migración de límites y la cinética puede ser influenciada por la dependencia de la movilidad del límite de grano con la temperatura, b) la presencia de solutos y partículas que pueden anclar algunos límites de grano impidiendo su crecimiento y c) la textura cristalográfica, esta última debido a que un material que posee alguna orientación preferencial experimenta gradientes de energía que dependen de la orientación del grano y de las características de los límites de grano (ángulo alto o ángulo bajo), permitiendo el crecimiento de aquellos con menor energía y/o mayor movilidad [68].

Considerando que se utilizó la misma temperatura de recocido, y que el material fue decarburado antes de la laminación en frío con lo cual se logró eliminar la mayor cantidad de partículas de carburos, se puede sugerir que el crecimiento discontinuo observado en estas muestras, en función del tiempo de empape (Figuras III-15d, III-



15e y III-15f), puede estar relacionado con el desarrollo de una textura preferencial durante el recocido.

En el caso de muestras procesadas mediante la ruta 3 (Figura III-16), se observa que de manera similar el tamaño de grano a un tiempo dado es superior al observado en muestras procesadas mediante la ruta 1 (comparar Figs. III-14 y III-16). El tamaño de grano promedio obtenido después de 10 s fue de 34 μm (Figura III-16a), y se incrementa hasta aproximadamente 46 μm después de 600 s (Figura III-16f).

Asimismo, se observa un comportamiento similar al observado en muestras con recocido previo a la laminación. Después de 600 s de recocido el material experimenta un crecimiento discontinuo en el que algunos granos crecen preferencialmente a expensas de otros. Este comportamiento también puede estar relacionado con el desarrollo de una textura preferencial [68].

La Figura III-17 muestra el efecto de la temperatura de recocido final sobre la microestructura de muestras recocidas por 10 min. Como se puede observar, el tamaño de grano de las muestras procesadas por el método convencional (ruta 1) y de las muestras procesadas por las rutas alternativas (rutas 2 y 3) es alrededor de 10 μm , 64 μm y 46 μm , respectivamente.

Además, se observa que las muestras sin modificación previa (ruta 1), exhiben la presencia de una mayor cantidad de perlita y cementita (Figura III-17b). Las muestras con 15% de reducción + recocido (Figura III-17d) exhiben la presencia de cementita en límites de grano de la ferrita, y las muestra que fueron sometidas únicamente a recocido exhiben una microestructura libre de carburos (III-17f). La presencia de partículas de segunda fase, en los límites de grano, dificulta el crecimiento de los mismos debido al efecto Zener: anclaje de interfaces [69]. Por lo tanto, conforme la cantidad de carburos se reduce como resultado de la decarburación, la cantidad de obstáculos disminuye facilitando el crecimiento de grano se observa en la Figura III-17.

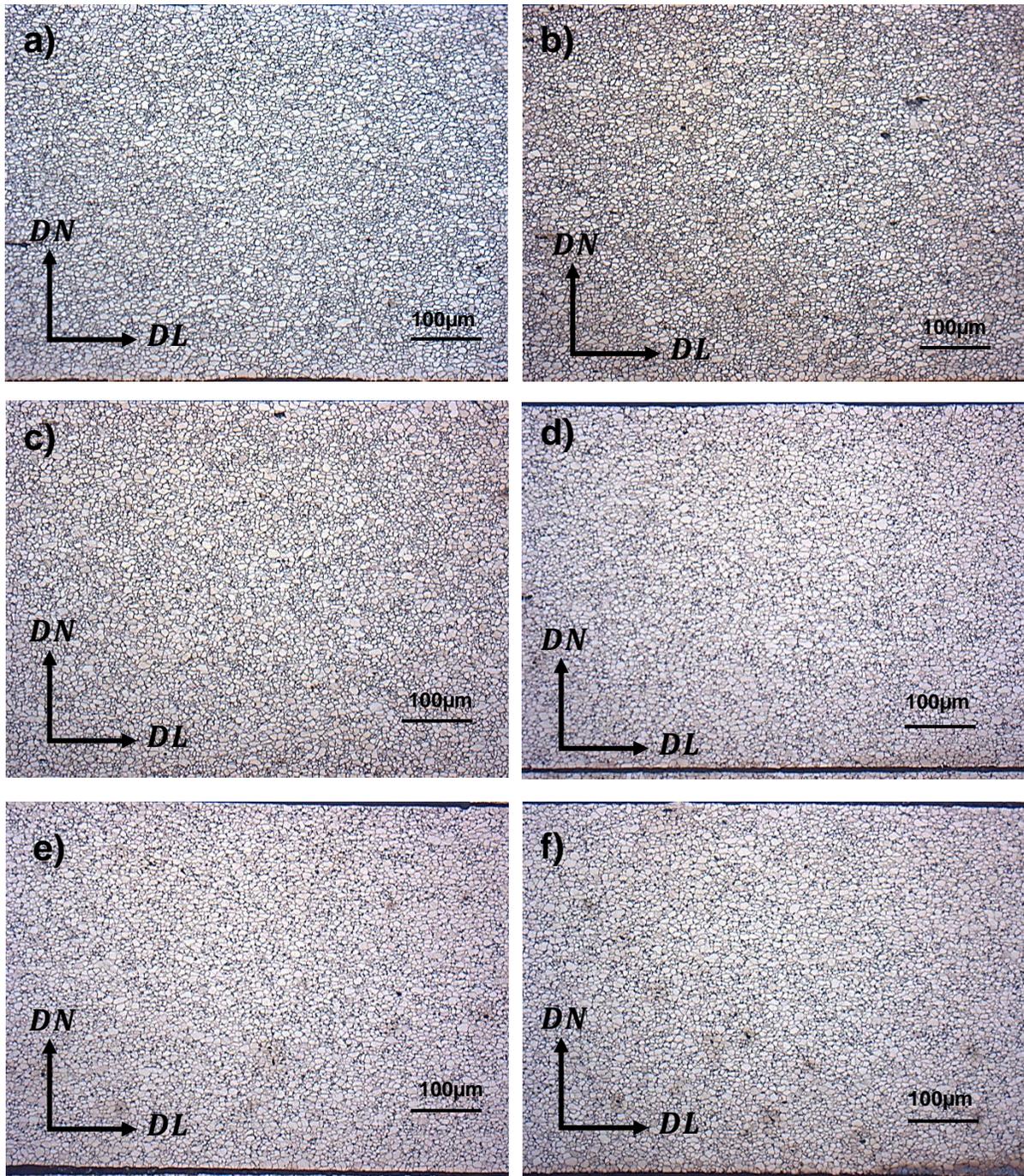


Figura III-14. Efecto del tiempo sobre la microestructura del acero recocido a 775°C: a) 10 s, b) 30 s, c) 60 s, d) 180 s, e) 300 s y f) 600 s. Muestras “sin modificación” antes de la laminación en frío.

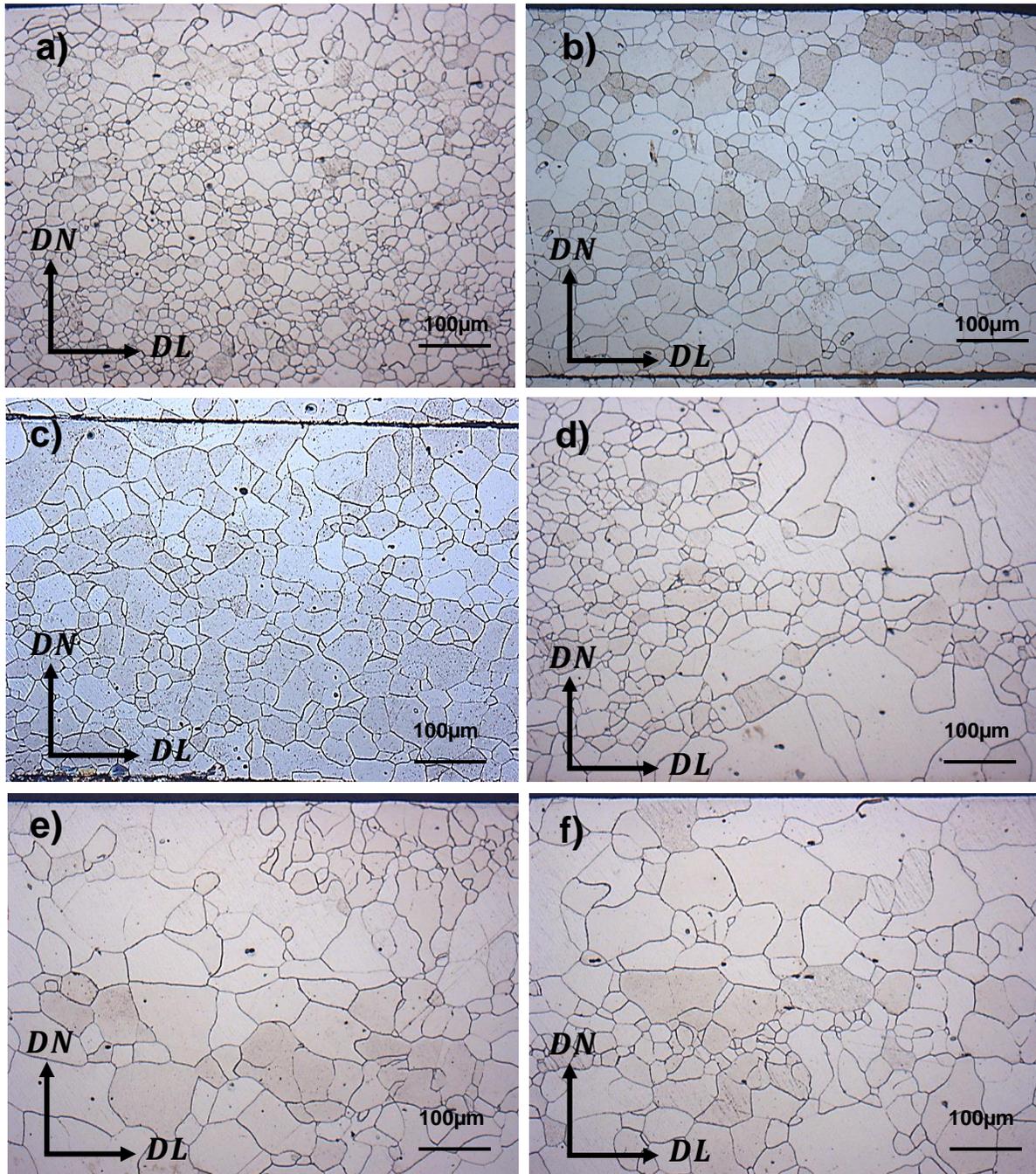


Figura III-15. Efecto del tiempo sobre la microestructura del acero recocido a 825°C: a) 10 s, b) 30 s, c) 60 s, d) 180 s, e) 300 s y f) 600 s. Muestras con procesamiento previo "laminado en caliente + recocido a 850°C durante 180 min".

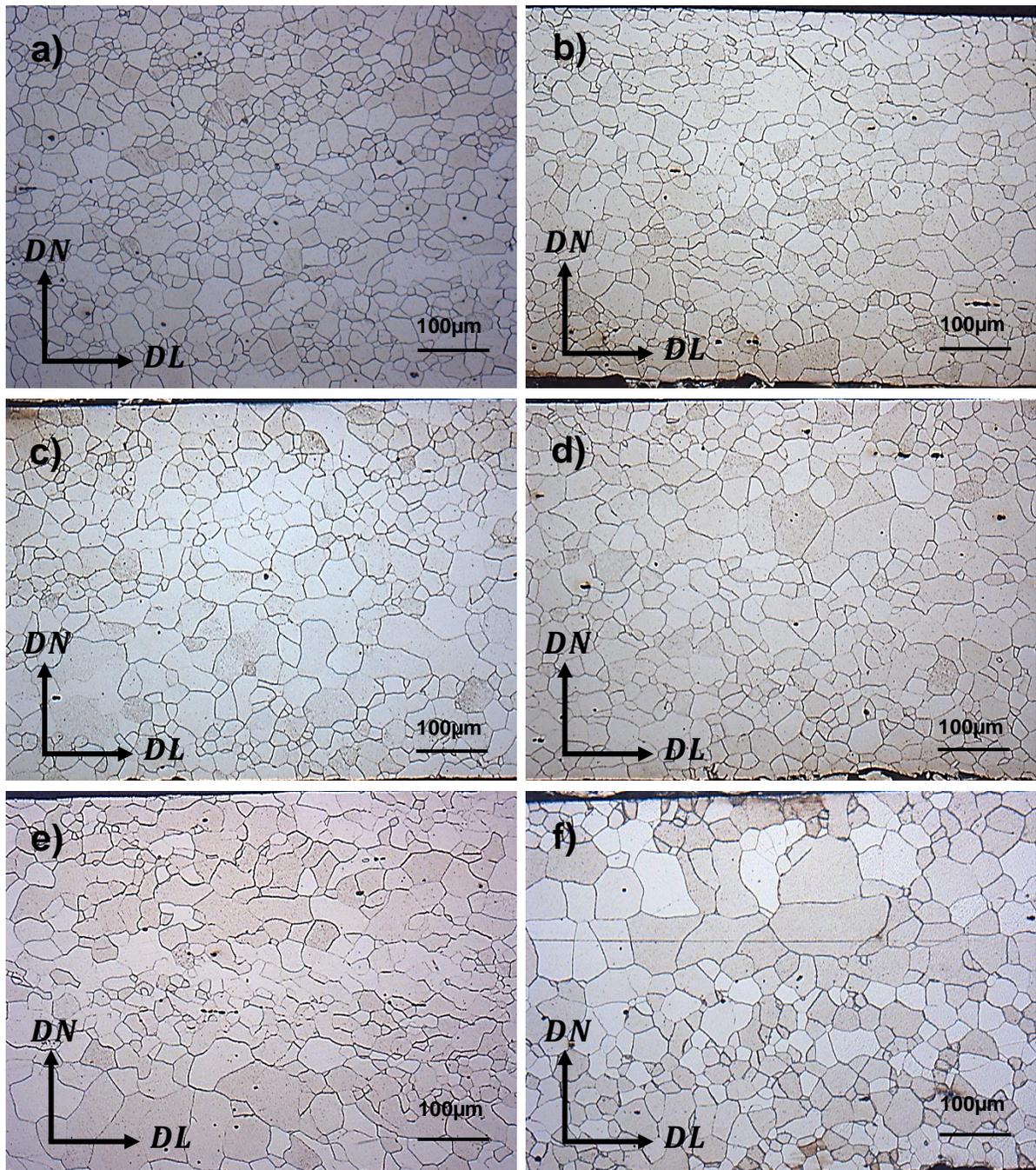


Figura III-16. Efecto del tiempo de recocido sobre la microestructura del acero recocido a 825°C durante: a) 10 s, b) 30 s, c) 60 s, d) 180 s, e) 300 s y f) 600 s. Muestras con procesamiento previo "laminado en caliente + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 180 min".

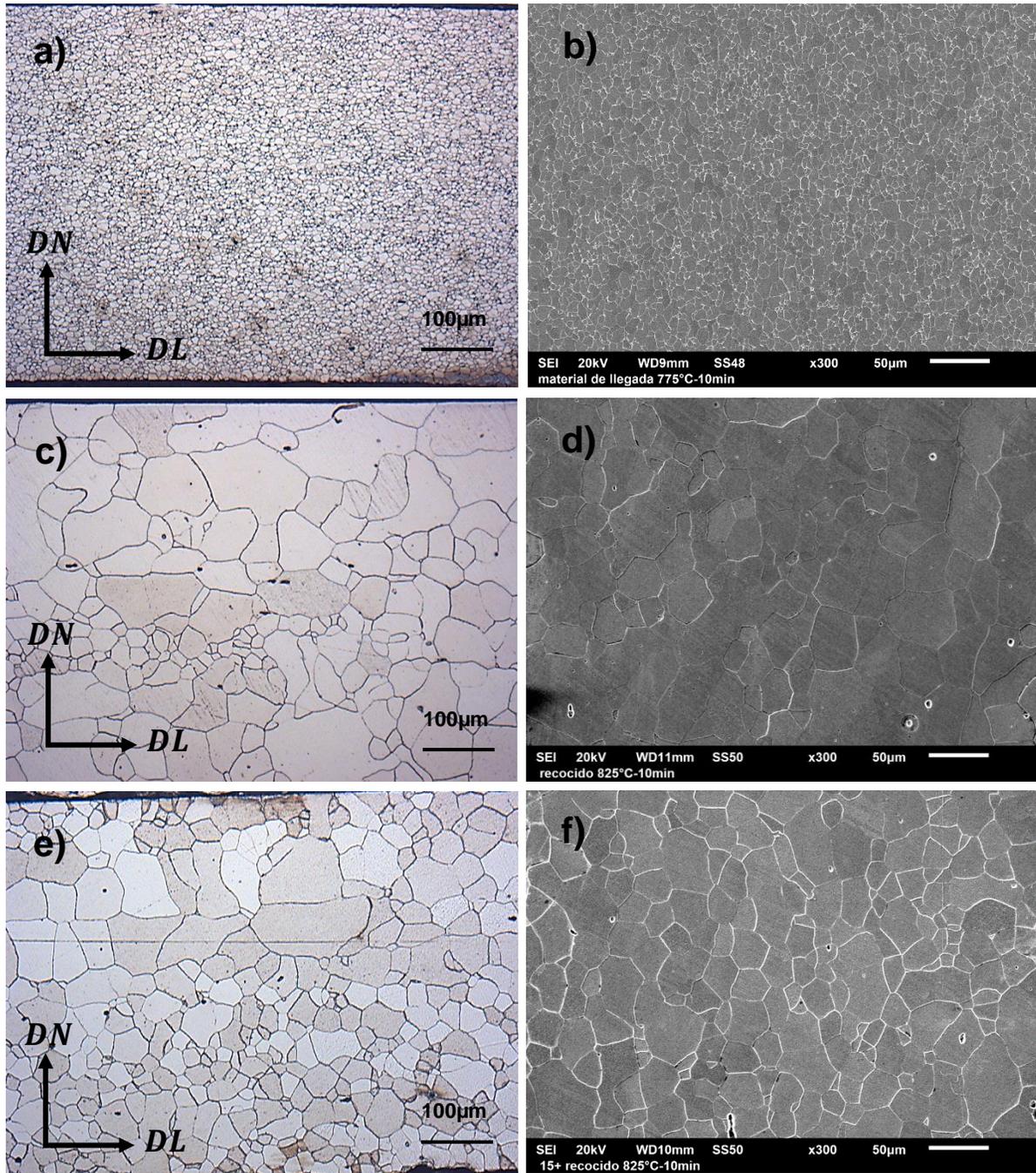


Figura III-17. Microestructura de muestras recocidas durante 10 min procesadas mediante: a, b) ruta 1 (recocido final a 775°C), c, d) ruta 2 y e, f) ruta 3 (recocido final a 825°C).



3.3.4 Cinética de crecimiento de grano.

La Figura III-18 muestra la cinética de crecimiento de grano de las muestras procesadas por las distintas rutas.

La muestra sin modificar presenta un crecimiento rápido para tiempos cortos y una disminución en la rapidez para tiempos más prolongados (Figura III-18a). La disminución en la rapidez de crecimiento está relacionada con la reducción de la fuerza impulsora durante el tratamiento térmico. El comportamiento del crecimiento de grano es característico de un crecimiento normal (continuo), lo cual es consistente con las microestructuras mostradas en la Figura III-14 pero no es posible observarlo a simple vista debido a que el incremento en el tamaño de grano es muy bajo (alrededor de 0.9 μm en todo el proceso).

En el caso de muestras sujetas a recocido previo a la laminación en frío, se observa un incremento significativo en el tamaño de grano entre 90 y 180 s (Figura III-18b), lo cual, como se mostró en la Figura III-15, está relacionado con el crecimiento anormal de grano desarrollado durante el tratamiento térmico.

En el caso de muestras que fueron sometidas a 15% de reducción en espesor + recocido previo a la laminación en frío se observa que, durante el recocido final, el tamaño de grano crece exhibiendo un comportamiento de tipo continuo hasta tiempos menores o iguales que 300 s. Sin embargo, para tiempos mayores se observa que el tamaño de grano es significativamente mayor (Figura III-18c). Las diferencias están relacionadas con el crecimiento anormal de grano observado en la Figura III-16.

Como se mencionó anteriormente, el crecimiento de grano anormal durante el recocido final, pudiera estar relacionado con el desarrollo de una textura preferencial durante el recocido [68].

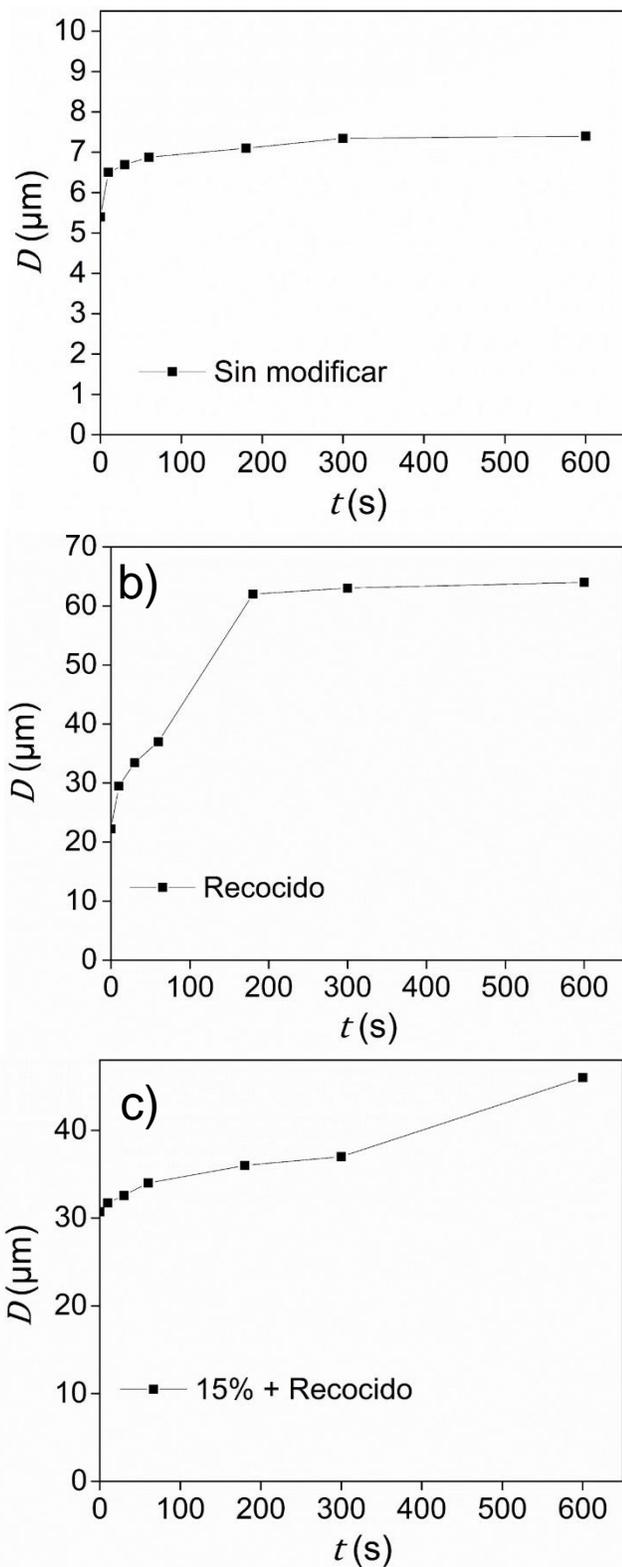


Figura III-18. Tamaño de grano promedio en función del tiempo de recocido final en muestras: a) sin modificar (LC), b) LC + recocido (850°C, 3h) y c) LC+ 15% reducción en espesor + recocido (850°C, 3 h).



De acuerdo con la teoría de crecimiento de grano normal, las constantes cinéticas del crecimiento de grano pueden ser determinadas a partir de gráficas de $\ln(D - D_0)$ contra $\ln t$ [26].

Como se puede observar en la Figura III-19, mientras que los resultados de muestras sujetas a la ruta de procesamiento 1 y 3 exhiben un buen ajuste con el modelo (Figura III-19a y III-19c), aquellas sujetas a la ruta de procesamiento 2 tienen una desviación más significativa (Figura III-19b).

El modelo utilizado para describir la cinética del crecimiento “normal” de grano, toma en consideración que el crecimiento de todos los granos ocurre a una velocidad muy similar, siendo gobernado por la energía en límites de grano y aspectos topológicos como la curvatura del borde de grano [59]. Los resultados obtenidos en la Figura III-19a sugieren que el crecimiento de grano en muestras sin modificación previa a la laminación en frío ocurre de manera uniforme ($R^2= 0.99$), lo cual es consistente con la evolución de la microestructura observada en la Figura III-14.

El crecimiento “anormal” de grano observado a los 600 s de tratamiento térmico en muestras sujetas la ruta 3, no parece tener un efecto significativo sobre la desviación del ajuste del modelo obteniéndose un coeficiente de determinación de $R^2=0.90$ (Figura III-19c). Este comportamiento puede estar relacionado con el hecho de que, en general, las muestras exhiben un crecimiento “normal” para tiempos de recocido menores (Figura III-16).

Un comportamiento diferente es observado en muestras con recocido previo a la laminación en frío (ruta 2), en este caso, se observan dos pendientes durante el tratamiento térmico (Figura III-19b). La primera, observada para tiempos menores a 60 s, está relacionada con el crecimiento normal de grano. La segunda, observada entre 180 y 600 s se relaciona con el crecimiento anormal (Figura III-15c y III-15d). Cuando se presentan ambos tipos de crecimiento de grano durante el tratamiento térmico, se recomienda determinar de manera independiente las constantes cinéticas para cada crecimiento, debido a que la fuerza impulsora para cada uno de ellos es distinta [70].

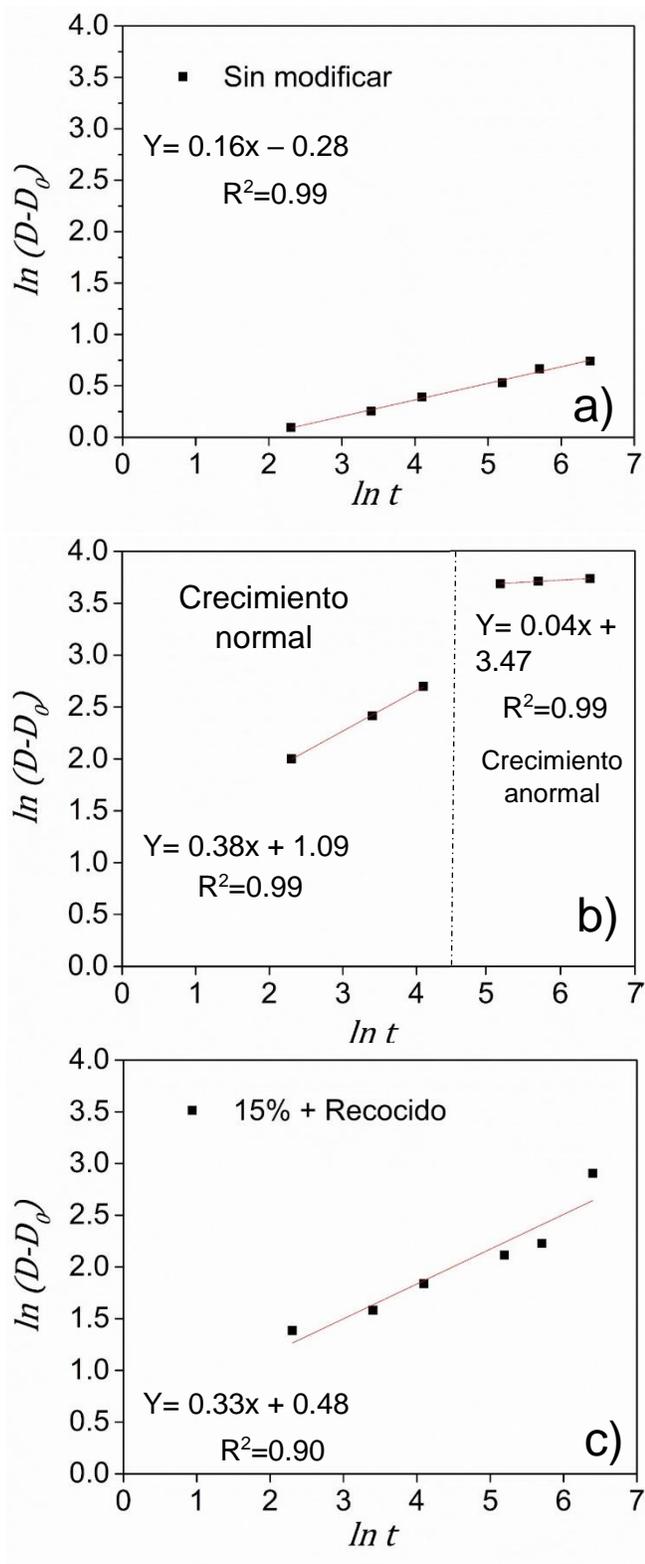


Figura III-19. Gráfica $\ln(D - D_0)$ vs $\ln t$ de muestras: a) sin modificar (LC), b) LC + recocido (850°C, 3h) y c) LC+ 15% reducción en espesor + recocido (850°C, 3 h).



La Tabla III-3 muestra las constantes cinéticas del crecimiento de grano obtenidas experimentalmente a partir de las gráficas que se presentan en la Figura III-19.

Al igual que en el caso de la recristalización, resulta difícil hacer una comparación de dichas constantes en función de la ruta de procesamiento o de la temperatura de recocido, debido a que tanto las características microestructurales como la composición química de los materiales de partida son diferentes. Además, las temperaturas a las cuales se determinaron también fueron distintas. Sin embargo, se ha reportado que, en condiciones reales, el exponente de crecimiento de grano bajo condiciones isotérmicas es aproximadamente 0.5.

Como se puede observar en la Tabla III-3, las muestras procesadas mediante la ruta 1 y 3, exhiben un exponente de crecimiento de grano $m=0.16$ y $m=0.33$, respectivamente, lo cual indica que el crecimiento de grano en muestras con mayor contenido de carbono y menor tamaño de grano es más lento. Este comportamiento está relacionado con la dificultad para la migración de fronteras de grano en presencia de partículas de fases secundarias (efecto Zener) [69]. Las muestras procesadas mediante la ruta 1, exhibieron mayor cantidad de carburos que las muestras procesadas mediante la ruta 3, debido a que el acero no fue decarburado antes de la laminación en frío. En el caso de muestras procesadas mediante la ruta 2, $m=0.38$ durante el crecimiento normal y disminuye significativamente a $m=0.05$ durante el crecimiento anormal. El menor contenido de carbono en estas muestras promueve una cinética de crecimiento más rápida que en los casos anteriores al inicio del tratamiento (tiempos menores a 60 s). Sin embargo, para tiempos más largos, se observa una disminución en la rapidez de crecimiento. Algunos autores han reportado que el desarrollo de una textura preferencial involucra la presencia de fronteras de grano de bajo ángulo, minimizando la energía entre límites, y reduciendo la fuerza impulsora para que ocurra el crecimiento de grano [70]. Por lo tanto, la reducción en la cinética de crecimiento de grano en muestras procesadas mediante la ruta 2, después de 180 s, puede estar relacionada con el desarrollo de texturas de Cubo ($\langle 001 \rangle // DN$); texturas que requieren la menor energía para su crecimiento [49].



Tabla III-3. Constantes cinéticas de crecimiento de grano en el acero experimental.

Ruta de procesamiento	<i>m</i>	<i>c</i>	R²
Sin modificar	0.16	0.28	0.99
Recocido	0.38	1.09	0.99
	0.04	3.47	0.99
15% + Recocido	0.33	0.48	0.90



3.4 Propiedades magnéticas

La Figura III-20, Figura III-21 y Figura III-22, muestran la evolución de las propiedades magnéticas después de los procesos de laminación en frío, recristalización y crecimiento de grano, respectivamente.

En general, las muestras con recocido previo (850°C, 180 min) a la laminación en frío (ruta 2), exhiben un ciclo de histéresis (azul) más angosto (menor coercitividad) que aquellas con 15% de reducción + recocido (rojo) y muestras sin modificación (negro), ya sea después de la laminación en frío (Figura III-20d), del recocido de recristalización (Figura III-21d) o del crecimiento de grano (Figura III-22d).

Estos resultados son consistentes con las variaciones en el contenido de C y en el tamaño de grano. El material con el ciclo más angosto es el que tiene la menor cantidad de carbono en solución y de partículas de carburos. Como se mencionó anteriormente los carburos afectan el movimiento de los dominios magnéticos durante el proceso de magnetización afectando el comportamiento magnético de estos materiales [19].

Como resultado, las muestras con una menor cantidad de carburos exhiben un mejor comportamiento magnético caracterizado por una menor coercitividad. Adicionalmente, estas muestras exhiben el tamaño de grano más grande, lo cual representa una menor cantidad de obstáculos al movimiento de los dominios durante la magnetización. Por lo tanto, al incrementar el tamaño de grano la cantidad de obstáculos disminuye contribuyendo de manera positiva con la reducción en la coercitividad.

Los efectos de la deformación plástica, la recristalización y el crecimiento de grano sobre la coercitividad (H_C) y remanencia (B_R) se presentan en la Tabla III-4 y en las Figuras III-23 y III-24, respectivamente.

Para el material sin modificación previa (Ruta 1), se observa que la coercitividad y la remanencia después de la laminación en frío exhiben los valores más altos. Sin embargo, con la recristalización se promueve una disminución de estas propiedades hasta aproximadamente 31% y 40%, respectivamente (Tabla III-4).



Las muestras procesadas mediante las rutas 2 y 3, exhiben un comportamiento similar, aunque en este caso, la recristalización causa una disminución de estas propiedades a aproximadamente 58%, 15%, y 40%, 40%, respectivamente (Tabla III-4).

Los esfuerzos relacionados con las dislocaciones también afectan el proceso de magnetización, por lo tanto, la mejora en las propiedades magnéticas durante la recristalización puede estar relacionada con la disminución en la cantidad de dislocaciones [67].

Después del crecimiento de grano en muestras sin modificación previa (ruta 1) y con 15% de reducción en espesor + recocido (ruta 3), se observa un ligero aumento en los valores de H_C y B_R comparados con los observados en el material recristalizado (Tabla III-4). El incremento en dichas propiedades es alrededor de 10%, 11%, y 25%, 26%, respectivamente.

En el primer caso, este comportamiento puede estar relacionado con un cambio en la textura cristalográfica. Generalmente, el procesamiento del acero mediante la ruta de procesamiento típica promueve el desarrollo de texturas $\langle 111 \rangle // DN$, las cuales son las más perjudiciales para el comportamiento magnético de estos materiales [12, 18, 19]. Aparentemente, el desarrollo de esta textura pudiera tener un efecto nocivo sobre las propiedades magnéticas finales. Sin embargo, para soportar esta observación sería necesario un trabajo adicional enfocado a establecer la evolución de la textura durante las tres rutas de procesamiento investigadas sobre la textura cristalográfica y las propiedades magnéticas de estos aceros.

En el caso de muestras con 15% de reducción en espesor + recocido, el incremento en los valores de coercitividad y remanencia puede estar relacionado con una posible formación de carburos como resultado de la transformación de fase $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe} + \text{Fe}_3\text{C}$. Esta observación es hecha con base en los resultados que se presentan en la Figura III-4, la cual muestra que la temperatura a la cual empieza a formarse la fase austenita es alrededor de 809°C. Esto implica que durante el recocido a 825°C (rango bifásico) ocurre la transformación $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \gamma\text{-Fe}$ y por lo tanto, durante el enfriamiento en aire, es posible que la austenita transforme a ferrita + carburos ($\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe} + \text{Fe}_3\text{C}$).



Los carburos afectan el proceso de magnetización y, por lo tanto, causan un incremento en los valores de coercitividad y remanencia como se observa en la Tabla III-4.

En el caso de muestras con recocido previo (ruta 2), el crecimiento de grano causa una disminución en los valores de H_C y B_R de 3% y 55%, respectivamente, comparado con la condición de recristalizado (Tabla III-4). Este comportamiento puede estar relacionado con el incremento en el mayor tamaño de grano o el desarrollo de texturas de tipo $\langle 001 \rangle // DN$ [19].

Como se mencionó anteriormente, las fronteras de grano actúan como un obstáculo al movimiento de los dominios magnéticos durante la magnetización [12, 18, 19], por lo tanto, al aumentar el tamaño de grano, la coercitividad y la remanencia disminuyen.

El desarrollo de texturas de tipo $\langle 001 \rangle // DN$ puede esperarse como resultado del recocido previo a la laminación en frío (850°C, 180 min), es decir, durante el crecimiento columnar; el cual ha sido ampliamente relacionado con el desarrollo de texturas correspondientes a la fibra- θ [39, 41, 71].

De acuerdo con lo reportado por Kestens [72], la textura presente en el material laminado en caliente por lo general es muy similar a la obtenida durante la deformación en frío y el recocido final. Por ejemplo, la fibra- γ observada típicamente en el acero laminado en caliente, es obtenida durante la deformación en frío y el recocido subsecuente.

Este comportamiento ha sido explicado en términos de la teoría de núcleos preexistentes, la cual dice que la textura de granos recristalizados es similar a la de los granos deformados a partir de los cuales se forman [48]. Adicionalmente, Kestens demostró que las texturas $\langle 001 \rangle // DN$ pueden obtenerse después del recocido final, si la fibra- γ observada convencionalmente es reemplazada por la fibra- θ antes del proceso de laminación en frío [72].

En este sentido, es muy probable que el crecimiento columnar observado durante el recocido (850°C, 180 min) antes de la laminación (ruta 2), permita el desarrollo de texturas $\langle 001 \rangle // DN$ antes y después de la laminación en frío, considerando la teoría



de núcleos preexistentes. De esta manera, su desarrollo pudiera también contribuir con la disminución en las propiedades magnéticas observadas durante el crecimiento de grano.

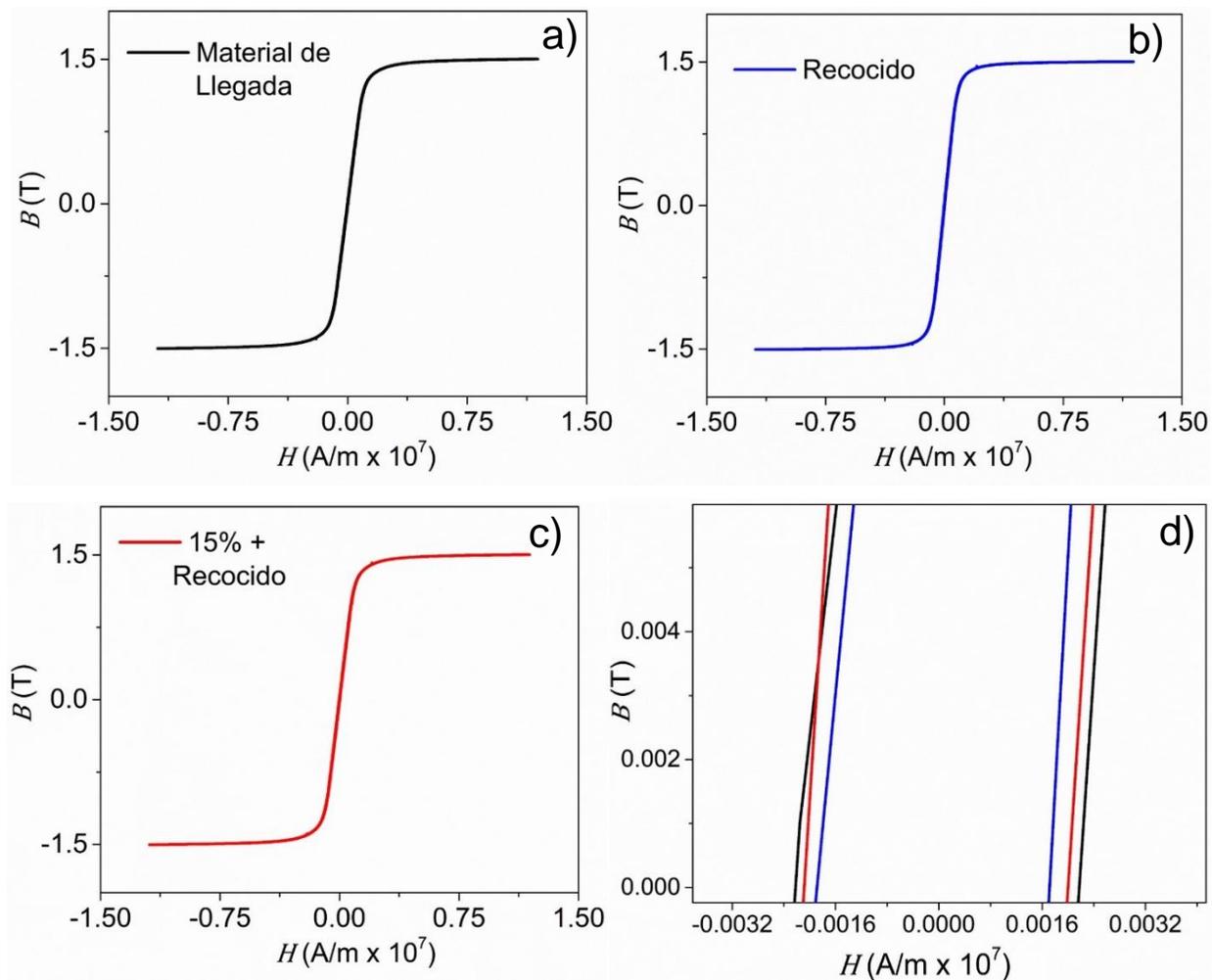


Figura III-20. Ciclos de histéresis de muestras obtenidas de la laminación en frío. Condición previa: a) laminado en caliente (LC), b) LC + recocido a 850°C durante 3 h, c) LC + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 3 h y d) acercamiento de la región $B=0$, $H=0$.

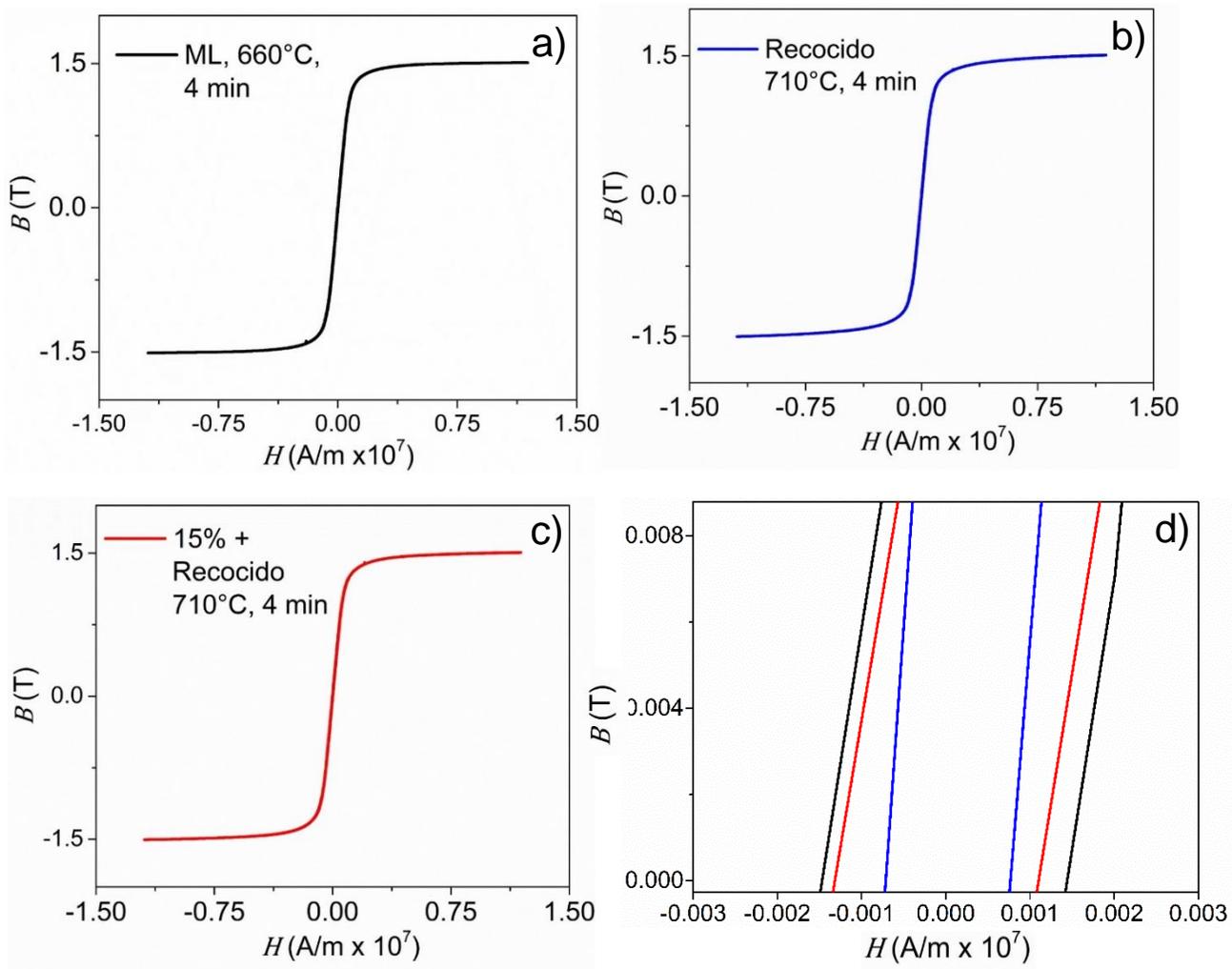


Figura III-21. Ciclos de histéresis de muestras con recocido por 4 min para la recristalización. Condición previa: a) laminado en caliente (LC), b) LC + recocido a 850°C durante 3 h, c) LC + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 3 h y d) acercamiento de la región $B=0$, $H=0$.

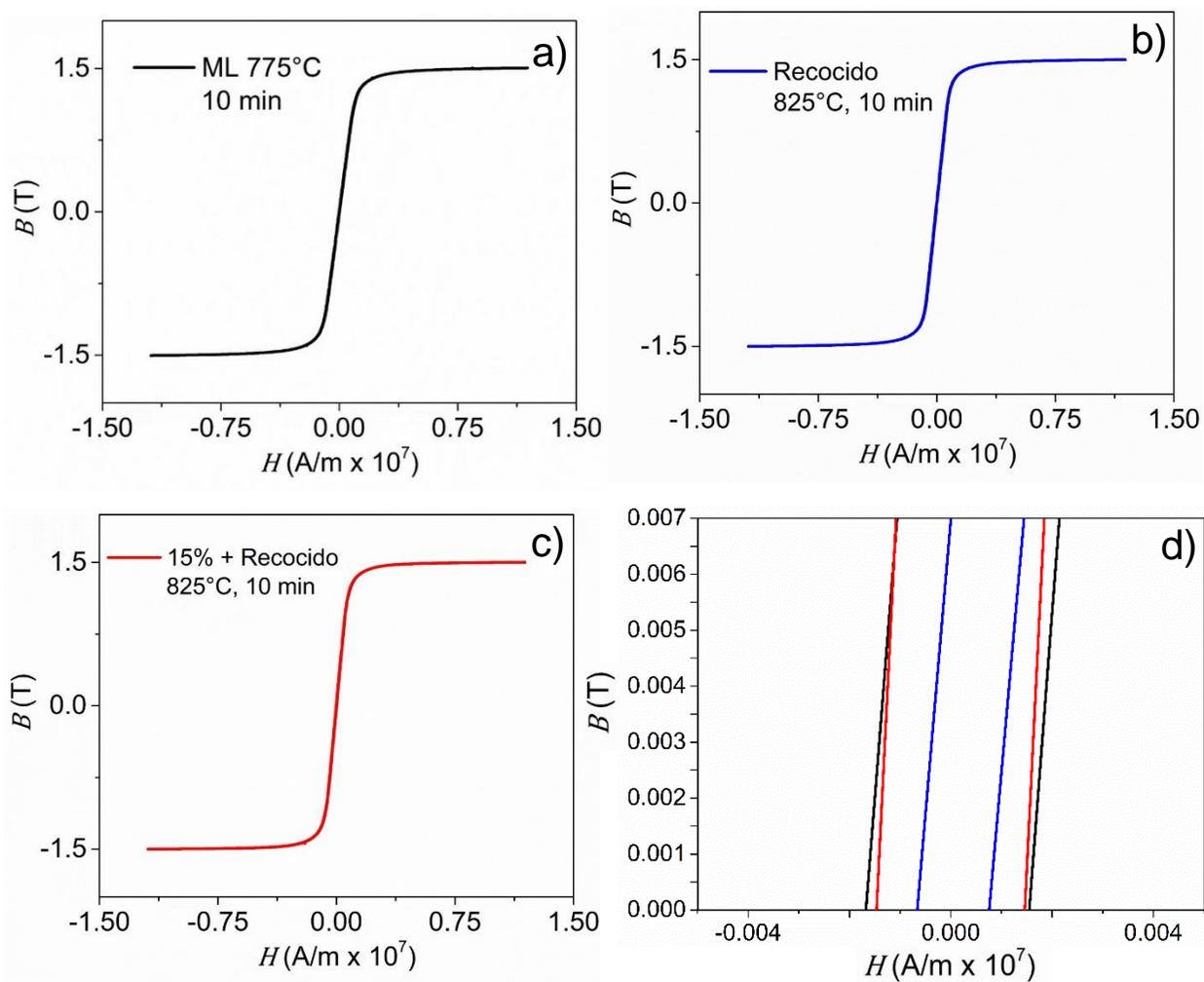


Figura III-22. Ciclos de histéresis de muestras con recocido por 10 min para el crecimiento de grano: a) laminado en caliente, b) laminado en caliente + recocido a 850°C durante 3 h, c) laminado en caliente + 15% de reducción en espesor + recocido a 850°C durante 3 h y d) ampliación de la región $B=0$, $H=0$.



Tabla III-4. Coercitividad y remanencia en función de la ruta de procesamiento.

Ruta de procesamiento	Condición de procesamiento					
	Laminado en frío		Recristalizado		Crecimiento de grano	
	H _C (A/m)	B _R (T)	H _C (A/m)	B _R (T)	H _C (A/m)	B _R (T)
Laminado en caliente (LC)	2100	0.030	1450	0.018	1600	0.020
LC+Recocido	1800	0.020	0750	0.017	0730	0.007
LC+15% + Recocido	2000	0.025	1200	0.015	1500	0.019

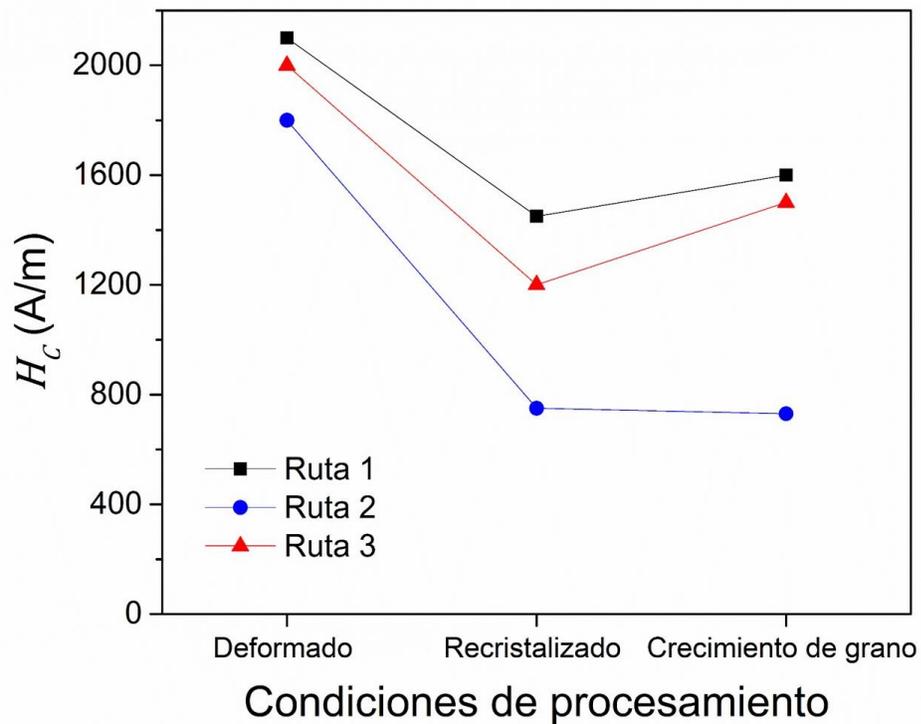


Figura III-23. Coercitividad en función de la ruta y las condiciones de procesamiento.

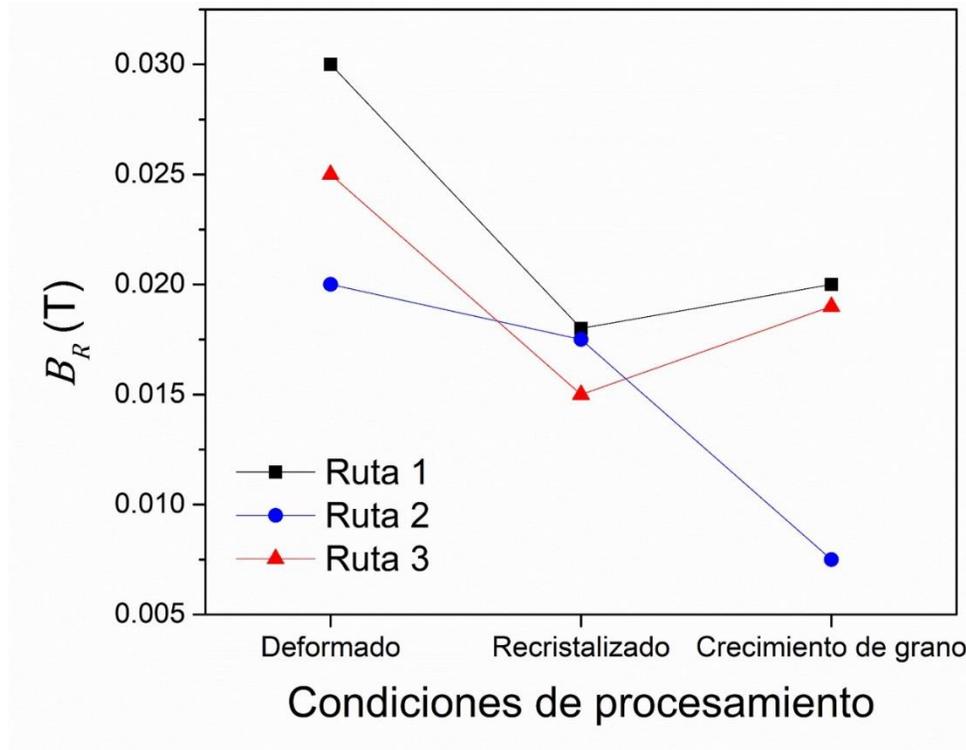


Figura III-24. Remanencia en función de la ruta y las condiciones de procesamiento.

En las Figuras III-25 y III-26 muestran la coercitividad de muestras recristalizadas y con crecimiento de grano, respectivamente, para las tres rutas de procesamiento investigadas. Adicionalmente, se presenta la variación en el contenido de carbono obtenido previo a la laminación en frío y el tamaño de grano resultante de la recristalización (Figura III-25) y del crecimiento de grano (Figura III-26). En ambos casos se observa que la coercitividad más baja se obtiene para un contenido de carbono más bajo y un tamaño de grano más grande.

En las Figuras III-27 y III-28 muestran la remanencia de muestras recristalizadas y con crecimiento de grano, respectivamente, para las tres rutas de procesamiento investigadas. Adicionalmente, se presenta la variación en el contenido de carbono obtenido previo a la laminación en frío y el tamaño de grano resultante de la recristalización (Figura III-27) y del crecimiento de grano (Figura III-28). El comportamiento es similar al observado en el caso anterior, los valores de remanencia



más bajos se obtienen cuando el contenido de carbono es menor y cuando el tamaño de grano es más grande.

Como se mencionó anteriormente, los límites de grano, el carbono en solución y las partículas de segundas fases, actúan como obstáculos para el proceso de magnetización [12, 18, 19]. Por lo tanto, las propiedades se mejoran al reducir la cantidad de éstos obstáculos mediante un incremento en el tamaño de grano y la remoción de carburos durante la decarburación.

La Tabla III-5 muestra las pérdidas de energía obtenidas mediante el área del ciclo de histéresis en función de la ruta y las condiciones de procesamiento.

Los valores más altos de las pérdidas de energía se observan en muestras deformadas en frío (Tabla III-5). Las pérdidas de energía disminuyen con la recristalización y muestran un ligero incremento después del crecimiento de grano. Este comportamiento se observa en muestras procesadas mediante las rutas 1 y 3. En el caso de muestras procesadas por la ruta 2, las pérdidas de energía son más bajas después del crecimiento de grano.

Este comportamiento similar al observado en las variaciones de H_C y B_R en función de la ruta y las condiciones de procesamiento (Figuras III-20 a III-24, Tabla III-4).

Las pérdidas de energía de muestras “deformadas” con las rutas 2 y 3 (alternas), son alrededor de 58% y 42% menores, que las pérdidas de energía de muestras procesadas con la ruta 1 (típica), respectivamente.

En el caso de muestras “recristalizadas” se observa una disminución en las pérdidas de energía de alrededor de 18 % y 3%, con respecto la ruta típica, cuando el material es procesado de acuerdo con las rutas 2 y 3, respectivamente. Finalmente, el “crecimiento de grano” causa una disminución en las pérdidas de energía de 77% y 7%, comparadas con la ruta típica, mediante el procesamiento con las rutas 2 y 3, respectivamente.

Estos resultados sugieren que la combinación de un menor contenido de carbono y un mayor tamaño de grano, es la responsable de la mayor reducción en las pérdidas de energía en el acero investigado. Aunque es muy probable que también exista una



contribución de la textura cristalográfica sobre dichos resultados. Sin embargo, es necesario realizar un estudio adicional para establecer los efectos de dicho parámetro microestructural sobre los cambios en la cinética de la recristalización, crecimiento de grano y las propiedades magnéticas del acero investigado.

Tabla III-5. Pérdidas de energía en función de la ruta y las condiciones de procesamiento ($T^ A/m$).*

Ruta de procesamiento	Condición de procesamiento		
	Laminado en frío	Recristalizado	Crecimiento de grano
Laminado en caliente (LC), ruta 1	0.0261	0.0080	0.0085
LC+Recocido, ruta 2	0.0108	0.0065	0.0019
LC+15% + Recocido, ruta 3	0.0149	0.0077	0.0079

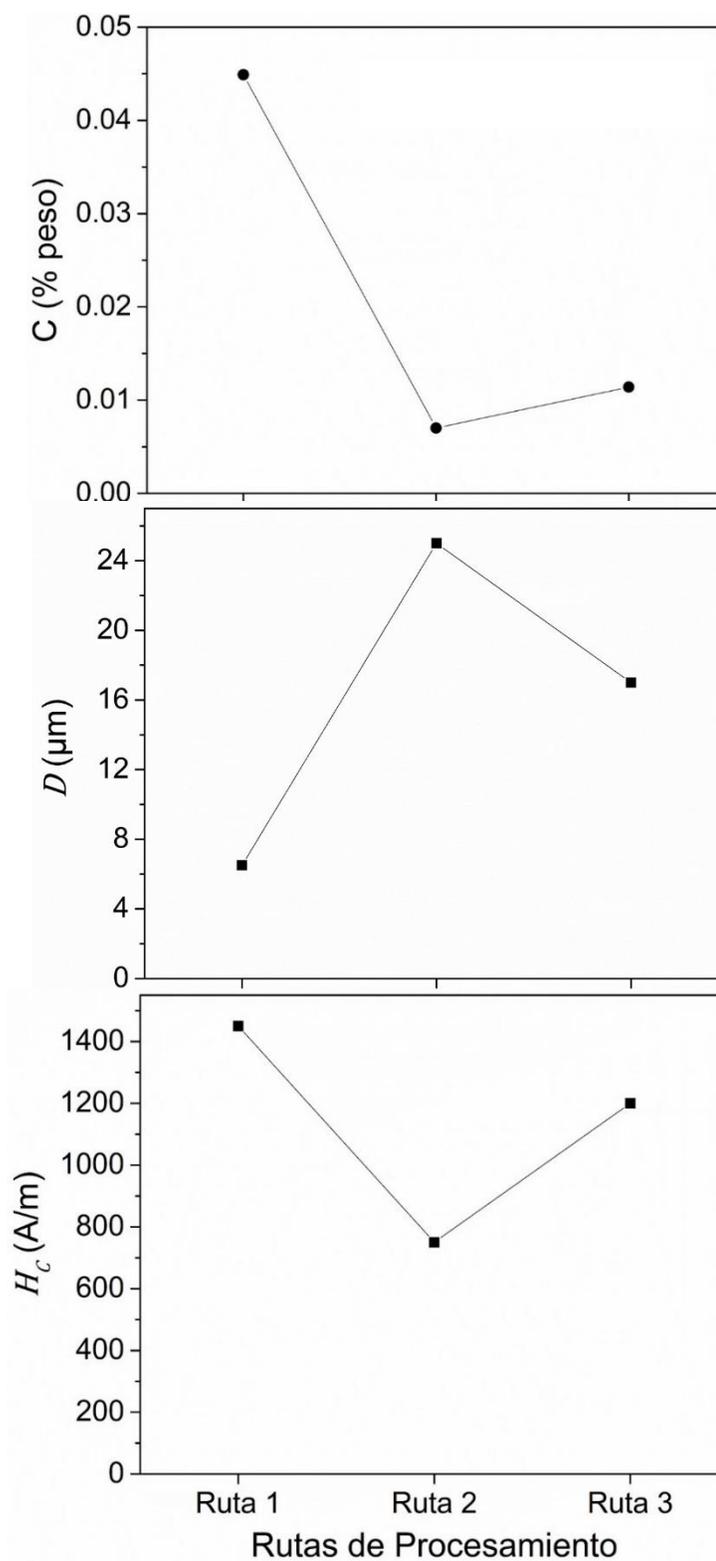
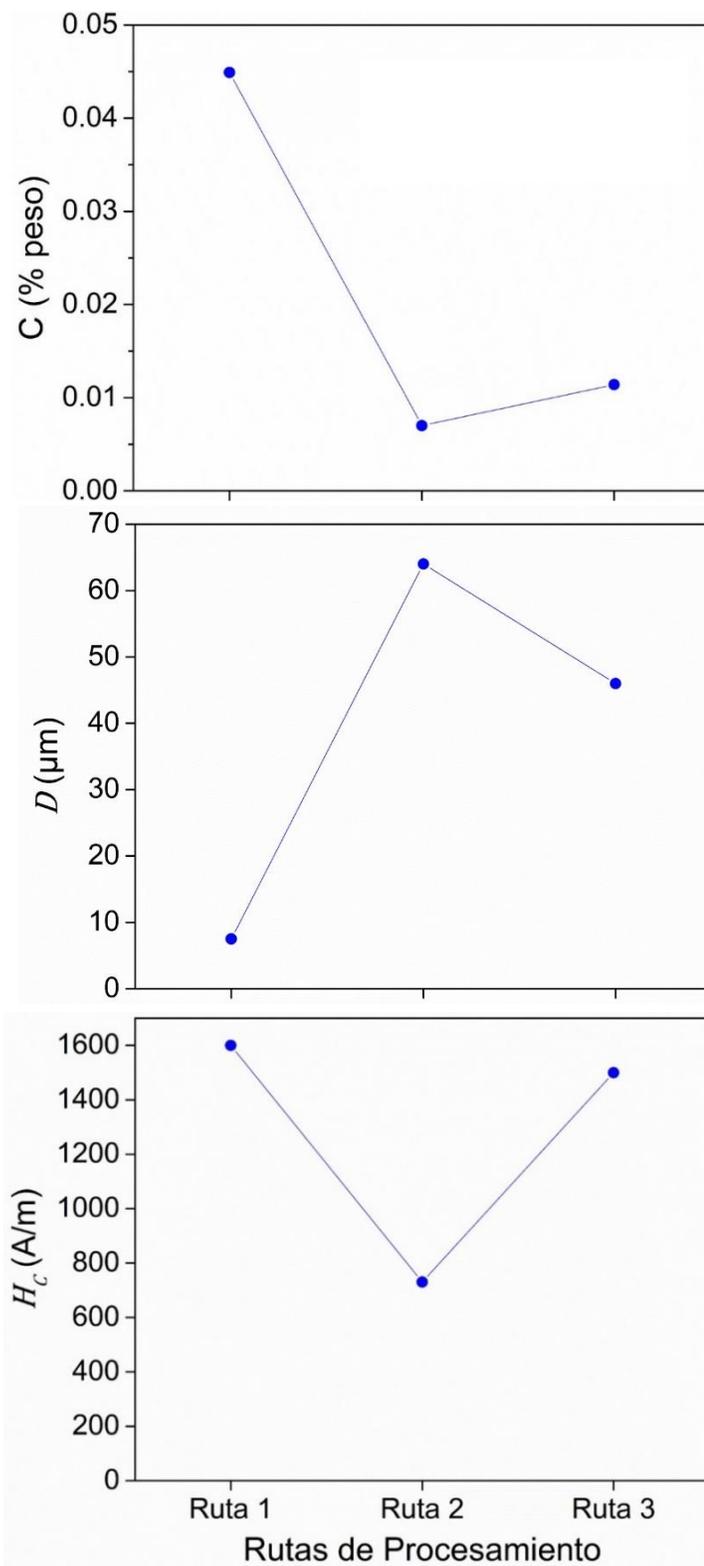
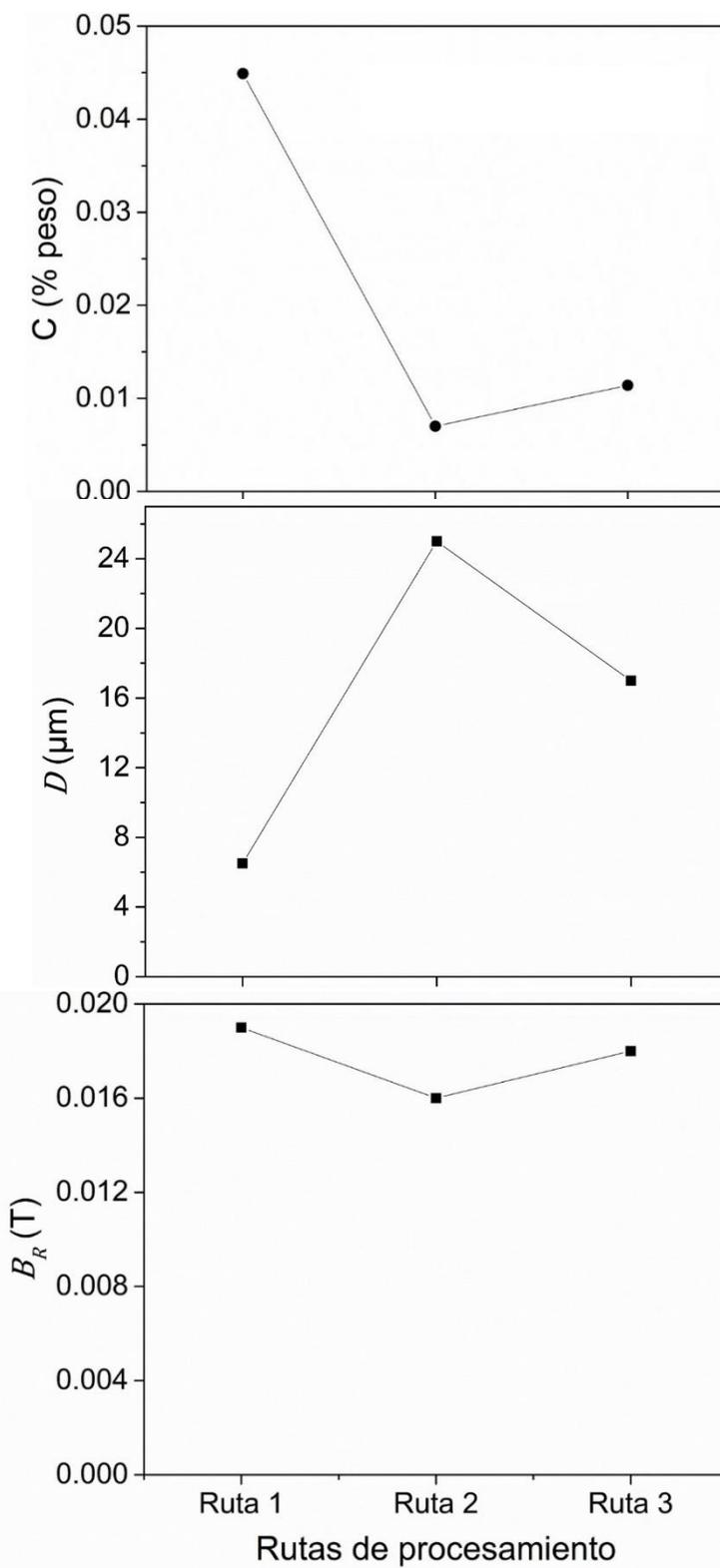


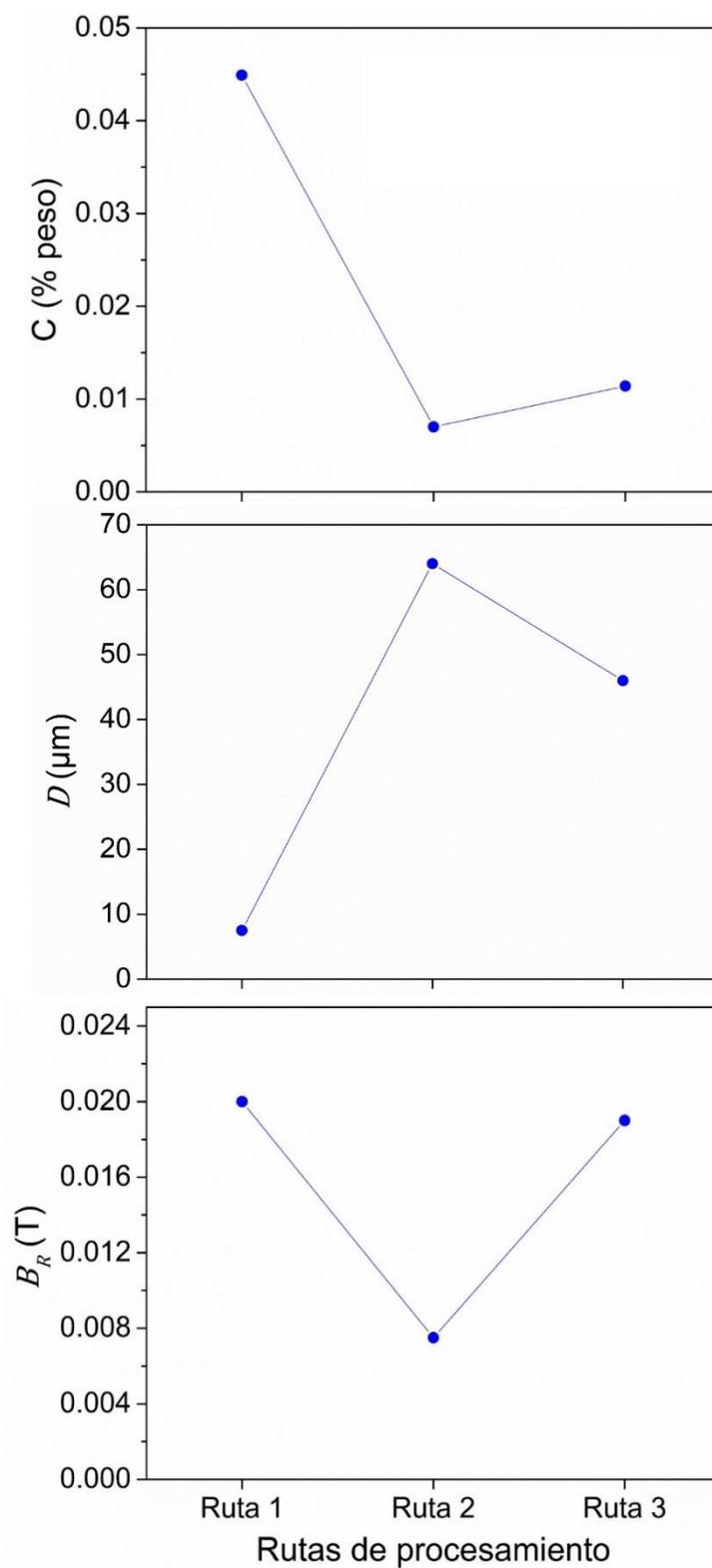
Figura III-25. Contenido de carbono, tamaño de grano y coercitividad en muestras recristalizadas para las 3 rutas de procesamiento.



Figuras III-26. Contenido de carbono, tamaño de grano y coercitividad en muestras con crecimiento de grano para las 3 rutas de procesamiento.



Figuras III-27. Contenido de carbono, tamaño de grano y remanencia en muestras recristalizadas para las 3 rutas de procesamiento.



Figuras III-28. Contenido de carbono, tamaño de grano y remanencia en muestras con crecimiento de grano para las 3 rutas de procesamiento.



Conclusiones.

A partir de los resultados obtenidos se pueden enlistar las siguientes conclusiones:

- El recocido del acero eléctrico laminado en caliente a temperaturas dentro del rango intercrítico (850°C por 180 min), permite reducir considerablemente el contenido de carbono en el material de llegada (alrededor de 80%) e incrementar el tamaño de grano significativamente antes del proceso de laminación en frío (10 μm a 400 μm). Estos cambios son favorecidos por una baja energía almacenada en el acero laminado en caliente.
- La reducción en el contenido de carbono y el incremento en el tamaño de grano de muestras sometidas a una reducción en espesor de 15% + recocido (850°C, 180 min) antes de la laminación en frío, son menores que en muestras en las que no se aplicó deformación plástica (LC + recocido). La reducción en el contenido de C es alrededor de 74% y el tamaño de grano se incrementa de 10 μm a 77 μm en comparación con el material de llegada.
- La microestructura del material deformado dependió fuertemente de las características microestructurales del acero antes de la deformación en frío. Los granos de tamaño más pequeño (muestras sin modificación) se alargaron muy poco en comparación con los granos de tamaño grande (recocido o 15% de reducción en espesor + recocido).
- El tamaño de grano resultante del recocido final es influenciado fuertemente por el tamaño de grano previo a la laminación en frío. Entre menor es el tamaño de grano previo, menor es el tamaño de grano obtenido en el recocido final (ruta 1). Asimismo, a mayor tamaño de grano inicial mayor es el tamaño de grano final (ruta 2). Este comportamiento está relacionado con la menor o mayor cantidad de sitios para el proceso de nucleación.
- La cinética de la recristalización durante el recocido final es más rápida en muestras sin modificación previa a la laminación en frío (ruta 1). Este comportamiento está relacionado con el menor tamaño de grano (mayores sitios para la nucleación) y la mayor cantidad de bandas de deformación (regiones de alta desorientación y alta energía almacenada).



- En el caso de muestras con decarburación previa a la laminación en frío (ruta 2 y 3), la cinética de la recristalización es más rápida en muestras con menor contenido de carbono (ruta 2), debido a la presencia de una menor cantidad de obstáculos para la difusión atómica.
- La cinética del crecimiento de grano en muestras procesadas mediante la ruta 1 es más lenta que la de aquellas procesadas mediante la ruta 3, debido a la presencia de una mayor cantidad de límites de grano y una mayor cantidad de carburos. Las muestras procesadas con la ruta 2 exhiben una cinética de crecimiento más rápida que las anteriores para tiempos cortos (menores o iguales que 60 s), y presentan una cinética más lenta para tiempos más largos. El primer comportamiento se atribuye a la menor cantidad de carburos, mientras que el segundo es posiblemente relacionado con el desarrollo de una textura preferencial.
- Las mejores propiedades magnéticas se obtienen en muestras que fueron procesadas mediante la “ruta 2”: laminadas en caliente, recocidas (850°C, 180 min), laminadas en frío (hasta 0.5 mm) y recocidas a 825°C por 10 min. La mejora en las propiedades magnéticas “en muestras con crecimiento de grano”, se caracterizó por una disminución en la coercitividad, remanencia y pérdidas de energía alrededor de 44%, 60% y 77%, respectivamente, en comparación con los valores obtenidos en muestras procesadas mediante la ruta de procesamiento típica. La mejora en las propiedades magnéticas es atribuida a una combinación apropiada de los siguientes parámetros: menor cantidad de partículas de segundas fases, menor contenido de carbono en solución y mayor tamaño de grano.



TRABAJOS FUTUROS.

Los aspectos que no se cubrieron en el presente documento abren nuevas líneas de investigación para el desarrollo de trabajos futuros, dentro de los más importantes se pueden enlistar los siguientes:

1. Realizar un estudio mediante difracción de electrones retrodispersados para investigar la evolución de la textura cristalográfica durante las rutas de procesamiento propuestas. Con el fin de determinar si el crecimiento selectivo observado antes de la laminación en frío, promueve el desarrollar de texturas $\langle 001 \rangle // DN$ en el producto final.
2. Procesar aceros mediante la ruta 2 e investigar los efectos del tiempo y la temperatura del recocido final para lograr una variación más significativa en el tamaño de grano. Además, investigar los efectos de dichos parámetros de tratamiento térmico sobre la textura cristalográfica y las propiedades magnéticas del producto final.
3. Debido a que el contenido de carbono en muestras procesadas mediante la ruta 2 es mucho más bajo que el del material laminado en caliente producido industrialmente, es posible producir láminas de espesores más delgados con lo cual se pudieran reducir aún más las pérdidas de energía. Por lo tanto, se sugiere investigar el efecto del espesor sobre la microestructura, la textura y las propiedades magnéticas para un ciclo térmico determinado.

CONTRIBUCIÓN CIENTÍFICA Y TECNOLÓGICA.

El tiempo de empape requerido en el método alternativo (ruta 2) para obtener contenidos de carbono incluso más bajos que los obtenidos mediante la ruta de procesamiento típica es de 180 min a 850°C ($A_{c1} < T < A_{c3}$). Este tiempo es mucho más corto que el utilizado en el proceso de decarburación realizado típicamente ($t > 16\text{h}$) el cual se realiza a $T < A_{c1}$. Por lo tanto, el recocido previo a la laminación en frío, es ruta de procesamiento atractiva si se considera la disminución en las pérdidas de energía de 77% y la reducción en el tiempo de procesamiento; con lo cual, se puede lograr no solo un incremento en la productividad sino también la calidad de estos aceros, lo cual puede contribuir con el mejor aprovechamiento de la energía eléctrica.



Referencias.

- [1] M.d.I.Á. Isgró, Crisis Energética Mundial.
- [2] H. Shimanaka, Y. Ito, K. Matsumara, B. Fukuda, Recent development of non-oriented electrical steel sheets, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 26(1) (1982) 57-64.
- [3] C.M.B. Bacaltchuk, G.A. Castello-Branco, M. Ebrahimi, H. Garmestani, A.D. Rollett, Effect of magnetic field applied during secondary annealing on texture and grain size of silicon steel, *Scripta Materialia* 48(9) (2003) 1343-1347.
- [4] A.J. Moses, Electrical steels: past, present and future developments, *IEE Proceedings A - Physical Science, Measurement and Instrumentation, Management and Education* 137(5) (1990) 233-245.
- [5] J. D. L. Rodrigues, J.R.F. Silveira, G.J.L. Gerhardt, F.P. Missell, F.J.G. Landgraf, R. Machado, M.F.d. Campos, Effect of Plastic Deformation on the Excess Loss of Electrical Steel, *IEEE Transactions on Magnetics* 48(4) (2012) 1425-1428.
- [6] M.M. Humane, K.S. Thool, R.K. Minz, L.A.I. Kestens, Microstructures and Textures of Hot Rolled and Hot Rolled-Normalized 2.9 % Silicon Steel Sheets, *Transactions of the Indian Institute of Metals* 68(3) (2015) 371-381.
- [7] R.K. Ray, J.J. Jonas, Butr, oacute, G. n, eacute, M.P. n, J. Savoie, Transformation Textures in Steels, *ISIJ International* 34(12) (1994) 927-942.
- [8] Y. Wang, Y. Xu, Y. Zhang, S. Xie, Y. Yu, G. Wang, On abnormal growth of {2 1 0}<0 0 1> grain in grain-oriented silicon steel, *Materials Research Bulletin* 69 (2015) 138-141.
- [9] Y. He, E.J. Hilinski, Texture and magnetic properties of non-oriented electrical steels processed by an unconventional cold rolling scheme, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 405 (2016) 337-352.
- [10]<https://www.worldsteel.org/searchresult.html?queryStr=crude+steel+production+2016>).
- [11]<http://www.siemens.com/press/en/feature/2012/industry/metalstechnologies/2012-03-steel.php>).
- [12] P. Ghosh, R.R. Chromik, B. Vaseghi, A.M. Knight, Effect of crystallographic texture on the bulk magnetic properties of non-oriented electrical steels, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 365 (2014) 14-22.
- [13] I.V. Gervas'eva, V.A. Zimin, Textural and structural transformations in nonoriented electrical steel, *The Physics of Metals and Metallography* 108(5) (2009) 455.
- [14] Y. Zhang, H. Wang, K. Chen, S. Li, Comparison of laser and TIG welding of laminated electrical steels, *Journal of Materials Processing Technology* 247(Supplement C) (2017) 55-63.
- [15] J. Wang, Q. Ren, Y. Luo, L. Zhang, Effect of Non-Metallic Precipitates and Grain Size on Core Loss of Non-oriented Electrical Silicon Steels, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*.
- [16] J. Hong, H. Choi, S. Lee, J.K. Kim, Y.m. Koo, Effect of Al content on magnetic properties of Fe-Al Non-oriented electrical steel, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 439(Supplement C) (2017) 343-348.
- [17] F.E. Werner, R.I. Jaffee, Energy-efficient steels for motor laminations, *Journal of Materials Engineering and Performance* 1(2) (1992) 227-234.



- [18] A.S.M.I.H. Committee, ASM Handbook, Volume 02 - Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, ASM International.
- [19] P. Beckley, E. Institution of Electrical, Electrical Steels for Rotating Machines, Institution of Engineering and Technology 2002.
- [20] K. Chwastek, A. Wodzyński, A.P.S. Baghel, S.V. Kulkarni, Anisotropic properties of electrical steels, 2015 16th International Conference on Computational Problems of Electrical Engineering (CPEE) (2015) 21-23.
- [21] S. S., S. R., D.B. C., Anisotropic magnetic properties and domain structure in Fe-3%Si (110) steel sheet, *J. Appl. Phys* 109 (2011) 07-307.
- [22] L. Kestens, J.J. Jonas, P. Van Houtte, E. Aernoudt, Orientation selective recrystallization of nonoriented electrical steels, *Metallurgical and Materials Transactions A* 27(8) (1996) 2347-2358.
- [23] A. Chaudhury, R. Khatirkar, N.N. Viswanathan, V. Singal, A. Ingle, S. Joshi, I. Samajdar, Low silicon non-grain-oriented electrical steel: Linking magnetic properties with metallurgical factors, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 313(1) (2007) 21-28.
- [24] E.J. Gutiérrez-Castañeda, A. Salinas-Rodríguez, Effect of annealing prior to cold rolling on magnetic and mechanical properties of low carbon non-oriented electrical steels, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 323(20) (2011) 2524-2530.
- [25] E.J. Gutiérrez Castañeda, Desarrollo de distribuciones preferenciales de orientaciones en láminas de aceros eléctricos no-orientados de bajo-C, Centro de investigación y de estudios avanzados del instituto politecnico nacional unidad saltillo, 2012, p. 204.
- [26] M.G. Hernández Miranda, Efecto de la deformación plástica sobre el crecimiento de grano columnar en aceros eléctricos no-orientados, Instituto de Metalurgia, Universidad Autónoma de San Luis Potosi, 2016.
- [27] D.S. Petrovic, Non-oriented electrical steel sheets, *Materiali in tehnologije* 44(6) (2010) 317-325.
- [28] P. Ghosh, R.R. Chromik, A.M. Knight, S.G. Wakade, Effect of metallurgical factors on the bulk magnetic properties of non-oriented electrical steels, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 356 (2014) 42-51.
- [29] M. Gallagher, P. Ghosh, A.M. Knight, R.R. Chromik, The effect of easy axis misorientation on the low induction hysteresis properties of non-oriented electrical steels, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 382 (2015) 124-133.
- [30] H. Gavrilă, V. Ionita, Crystalline and amorphous soft magnetic materials and their applications- status of art and challenges, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials(Romania)* 4(2) (2002) 173-192.
- [31] F.J.G. Landgraf, Nonoriented electrical steels, *Jom* 64(7) (2012) 764-771.
- [32] K. Matsumura, B. Fukuda, Recent developments of non-oriented electrical steel sheets, *IEEE Transactions on Magnetics* 20(5) (1984) 1533-1538.
- [33] Y. Oda, M. Kohno, A. Honda, Recent development of non-oriented electrical steel sheet for automobile electrical devices, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 320(20) (2008) 2430-2435.
- [34] M. Takashima, N. Morito, A. Honda, C. Maeda, Nonoriented electrical steel sheet with low iron loss for high-efficiency motor cores, *IEEE Transactions on Magnetics* 35(1) (1999) 557-561.



- [35] M. Popescu, T.J.E. Miller, M. McGilp, D.M. Ionel, S.J. Dellinger, R.J. Heidemann, On the Physical Basis of Power Losses in Laminated Steel and Minimum-Effort Modeling in an Industrial Design Environment, 2007 IEEE Industry Applications Annual Meeting (2007) 60-66.
- [36] N. Calvillo, D.M. Soria, A. Salinas, J.E. Gutiérrez, A.I. Reyes, R.F. Carrillo, Influence of Thickness and Chemical Composition of Hot-Rolled Bands on the Final Microstructure and Magnetic Properties of Non-Oriented Electrical Steel Sheets Subjected to Two Different Decarburizing Atmospheres, *Metals* 7(6) (2017).
- [37] S. S., S. R., D.B. C., Anisotropic magnetic properties and domain structure in Fe-3%Si (110) steel sheet, *J. Appl. Phys.* Appl. Phys 109 (2011) 07A307.
- [38] F.J.G. Landgraf, S.C. Paolinelli, M.A. Cunha, M.F. de Campos, Texture optimization in Non-Oriented Electrical Steels: The Role of the Goss Texture Component, *Materials Science Forum* 495-497 (2005) 543-554.
- [39] T. Tomida, N. Sano, K. Ueda, K. Fujiwara, N. Takahashi, Cube-textured Si-steel sheets by oxide-separator-induced decarburization and growth mechanism of cube grains, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 254–255 (2003) 315-317.
- [40] M. Džubinský, Y. Sidor, F. Kováč, Kinetics of columnar abnormal grain growth in low-Si non-oriented electrical steel, *Materials Science and Engineering: A* 385(1–2) (2004) 449-454.
- [41] F. Kovac, V. Stoyka, I. Petryshynets, Strain-induced grain growth in non-oriented electrical steels, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 320(20) (2008) 627-630.
- [42] L. Xie, P. Yang, N. Zhang, C. Zong, D. Xia, W. Mao, Formation of {1 0 0} textured columnar grain structure in a non-oriented electrical steel by phase transformation, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 356 (2014) 1-4.
- [43] Y. Wang, Y. Xu, Y. Zhang, S. Xie, Y. Yu, G. Wang, On abnormal growth of {2 1 0}<0 0 1> grain in grain-oriented silicon steel, *Materials Research Bulletin* 69 (2015) 138-141.
- [44] W. Guo, W.-m. Mao, Y. Li, Z.G. An, Influence of intermediate annealing on final Goss texture formation in low temperature reheated Fe-3%Si steel, *Materials Science and Engineering: A* 528(3) (2011) 931-934.
- [45] J.Y. Park, K.S. Han, J.S. Woo, S.K. Chang, N. Rajmohan, J.A. Szpunar, Influence of primary annealing condition on texture development in grain oriented electrical steels, *Acta Materialia* 50(7) (2002) 1825-1834.
- [46] N. Rajmohan, J.A. Szpunar, Monte-Carlo simulation of Goss texture development in silicon steel in the presence of MnS particles, *Materials Science and Engineering: A* 289(1) (2000) 99-108.
- [47] K.M. Lee, M.Y. Huh, H.J. Lee, J.T. Park, J.S. Kim, E.J. Shin, O. Engler, Effect of hot band grain size on development of textures and magnetic properties in 2.0% Si non-oriented electrical steel sheet, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 396 (2015) 53-64.
- [48] A. Haldar, S. Suwas, D. Bhattacharjee, *Microstructure and Texture in Steels: and Other Materials*, Springer London 2009.
- [49] J.S. Kirkaldy, V. D., *Phase Transformations in Ferrous Alloys*, Am. Inst. Min. Engg, Philadelphia, 1984.



- [50] ASTM E-1019-11 Standard Test Methods for determination of Carbon, Sulfur, Nitrogen, and Oxygen in Steel, Iron, Nickel, and Cobalt Alloys by Various Combustion and Fusion Techniques., 2011.
- [51] ASTM E415 - 15 Standard Test Method for Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry., 2015.
- [52] ASTM E112-13 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, 2013.
- [53] F.J. Humphreys, M. Hatherly, Chapter 7 - Recrystallization of Single-Phase Alloys, Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition), Elsevier, Oxford, 2004, pp. 215-IV.
- [54] T. Chandra, W. University of, M.a.M.S. Minerals, Recrystallization '90: International Conference on Recrystallization in Metallic Materials : conference proceedings, TMS 1990.
- [55] N.X. Sun, X.D. Liu, K. Lu, An explanation to the anomalous avrami exponent, Scripta Materialia 34(8) (1996) 1201-1207.
- [56] M.C. Weinberg, D.P. Birnie, V.A. Shneidman, Crystallization kinetics and the JMAK equation, Journal of Non-Crystalline Solids 219(Supplement C) (1997) 89-99.
- [57] B.-N. Kim, K. Hiraga, K. Morita, Kinetics of Normal Grain Growth Depending on the Size Distribution of Small Grains, Materials Transactions 44(11) (2003) 2239-2244.
- [58] L.A. Barrales-Mora, 2D and 3D Grain Growth Modeling and Simulation, Cuvillier 2008.
- [59] J.C.M. Li, Microstructure and Properties of Materials, World Scientific 2000.
- [60] W.C. ASTM International, PA., ASTM A29 / A29M-16, Standard Specification for General Requirements for Steel Bars, Carbon and Alloy, Hot-Wrought, 2016.
- [61] B. Biagini, Pérdidas magnéticas en aceros eléctricos de ultrabajo carbono, Asociación Argentina de Materiales, Argentina, 2010.
- [62] B.H. Segundo, I.U. Joaquín, Introducción al Conocimiento de Materiales, UNED 2014.
- [63] A.K. Elshennawy, G.S. Weheba, Manufacturing Processes & Materials, 5th Edition, Society of Manufacturing Engineers 2015.
- [64] E. Klar, P.K. Samal, Powder Metallurgy Stainless Steels: Processing, Microstructures, and Properties, ASM International 2007.
- [65] F. Kováč, M. Džubinský, Y. Sidor, Columnar grain growth in non-oriented electrical steels, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 269(3) (2004) 333-340.
- [66] Y. Sidor, F. Kovac, T. Kvackaj, Grain growth phenomena and heat transport in non-oriented electrical steels, Acta Materialia 55(5) (2007) 1711-1722.
- [67] F.J. Humphreys, M. Hatherly, Chapter 2 - The Deformed State, Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition), Elsevier, Oxford, 2004, pp. 11-II.
- [68] F.J. Humphreys, M. Hatherly, Chapter 11 - Grain Growth Following Recrystallization, Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition), Elsevier, Oxford, 2004, pp. 333-378.
- [69] F.J. Humphreys, M. Hatherly, Chapter 4 - The Structure and Energy of Grain Boundaries, Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition), Elsevier, Oxford, 2004, pp. 91-119.
- [70] R.L. Doiphode, S.V.S.N. Murty, N. Prabhu, B.P. Kashyap, Grain growth in calibre rolled Mg-3Al-1Zn alloy and its effect on hardness, Journal of Magnesium and Alloys 3(4) (2015) 322-329.



[71] Y. Sidor, F. Kovac, Microstructural aspects of grain growth kinetics in non-oriented electrical steels, *Materials Characterization* 55(1) (2005) 1-11.

[72] L. Kestens, S. Jacobs, Texture control during the manufacturing of nonoriented electrical steels, *Texture, Stress, and Microstructure 2008* (2008) 1-9.