



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRÍA EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

***“DISEÑO, FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN METALOGRÁFICA,
ESTRUCTURAL Y MECÁNICA DE ACEROS ELÉCTRICOS AL SILICIO DE
GRANO ORIENTADO MODIFICADOS CON Ti/B”***

Tesis que para obtener el grado de Maestría en Metalurgia y Ciencias de los
Materiales

Presenta:

Ing. Dulce Yazmin Alcocer Sosa

Director de Tesis:

Dr. Ignacio Mejía Granados

Morelia, Michoacán, México Julio de 2020.



Instituto de Investigación
en Metalurgia y Materiales

Of. Núm. IIMM-073-2020

Morelia, Mich., Junio 23 del 2020

C. ING. DULCE YAZMIN ALCOCER SOSA

Presente

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Maestría en Metalurgia y Ciencias de los Materiales, con la tesis titulada **"DISEÑO, FABRICACION Y CARACTERIZACION METALOGRAFICA, ESTRUCTURAL Y MECÁNICA DE ACEROS ELECTRICOS AL SILICIO DE GRANO ORIENTADO MODIFICADOS CON Ti/B"**, le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

93002670	DR. IGNACIO MEJIA GRANADOS	(Presidente)
01003062	DR. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE	(Vocal)
01000489	DR. JORGE ALEJANDRO VERDUZCO MARTINEZ	(Vocal)
82008604	DR. RAFAEL GARCIA HERNANDEZ	(Vocal)
17010001	DR. JOSE MARIA CABRERA MARRERO	(Vocal)
03003795	DR. HECTOR GUILLERMO CARREON GARCIDUEÑAS	(Suplente)

Agradeciendo de antemano las atenciones que se sirva prestar a la presente, aprovecho para enviarle un cordial saludo.

Atentamente

Dr. Víctor Hugo López Morelos
Director

Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo





AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el sustento económico otorgado durante el periodo de mi maestría.

A la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo (UMSNH) por ser mi casa de estudios en los dos años de mis estudios de posgrado.

Al Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales (IIMM) por brindarme la oportunidad de pertenecer al programa de maestría en Metalurgia y Ciencia de los Materiales.

Al Departamento de Metalurgia Mecánica del IIMM especialmente mi asesor el Dr. Ignacio Mejía Granados, por darme la oportunidad de ser parte de su grupo de trabajo y estar muy atento en la evolución de este proyecto. De igual manera a mis compañeros y amigos Carlos, David, Omar, Marcos, Gladys, Humberto, Luis Abraham y Francisco por orientarme y compartir sus conocimientos.

A mi comité tutorial Dr. Arnoldo Bedolla J., Dr. Jorge Alejandro Verduzco M., Dr. Rafael García H., Dr. José María Cabrera y Dr. Héctor Guillermo Carreón G. por todas las contribuciones y consejos para realizar con éxito este proyecto.

Al Departamento de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales de la Universidad Politécnica de Cataluña UPC-España por las facilidades otorgadas para realizar estudios de EBSD, especialmente al Dr. José María Cabrera Marrero por el apoyo en la realización de los ensayos.

Al Instituto de Investigación en Materiales de la Universidad Autónoma de México (UNAM) campus Morelia por permitirme el acceso a sus equipos para el desarrollo de mi investigación, muy especialmente al Dr. Joaquín de la Torre Medina quien me brindó su apoyo en la realización de experimentos para medir la resistividad eléctrica.

A todo el personal del IIMM que hace posible el desarrollo de proyectos de ciencia e investigación, especialmente a los técnicos Tony, Sra. Vicky, Frank, Sayil, Simón, Fernando, Jorge y al departamento de fundición que fue parte fundamental para el desarrollo de esta investigación.



DEDICATORIAS

Agradezco infinitamente a Dios por mi familia y amigos, por darme la dicha de vivir y gozar de buena salud que me permitió poder culminar esta etapa de mi formación.

Este trabajo de investigación lo dedico especialmente a mis padres Hilario Alcocer y Gloria Sosa por formar a la persona que hoy soy, por darme su apoyo y amor incondicional en cada etapa de mi vida, así mismo a mis hermanas Ana, Alma y Edith que han estado conmigo en cada momento, gracias por sus consejos, risas y motivación. A mi novio Luis León que siempre me impulsa y apoya para lograr mis metas, gracias por compartir tus conocimientos y llenar mi existir de días felices. A mi asesor el Dr. Ignacio Mejía Granados por la confianza brindada al permitirme realizar este proyecto, gracias por compartir su tiempo, conocimientos y por enseñarme nuevas habilidades. Todos ustedes fueron parte de mi inspiración y apoyo para día a día sacar adelante este proyecto. Gracias por su confianza y cariño, sin ustedes no hubiera sido posible la culminación de este proyecto.



ÍNDICE

NOMENCLATURA	<i>i</i>
RESUMEN	<i>ii</i>
ABSTRACT	<i>iii</i>
CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN	<i>1</i>
1.1 Introducción	<i>1</i>
1.2 Objetivos	<i>2</i>
1.2.1 Objetivo general	<i>2</i>
1.2.2 Objetivos particulares.....	<i>2</i>
1.3 Justificación	<i>3</i>
1.4 Hipótesis	<i>4</i>
1.5 Metas científicas	<i>5</i>
CAPÍTULO II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	<i>6</i>
2.1 Aceros eléctricos al silicio	<i>6</i>
2.1.1 Generalidades	<i>6</i>
2.1.2 Magnetismo en aceros eléctricos al silicio	<i>7</i>
2.1.3 Clasificación de aceros eléctricos al silicio	<i>8</i>
2.2 Propiedades de los aceros eléctricos al silicio.....	<i>10</i>
2.2.1 Propiedades mecánicas.....	<i>10</i>
2.2.2 Propiedades eléctricas	<i>11</i>
2.2.3 Propiedades magnéticas.....	<i>12</i>
2.3 Aplicaciones	<i>15</i>
2.4 Sistema Fe-Si	<i>15</i>
2.4.1 Diagrama de equilibrio Fe-Si	<i>15</i>
2.4.2 Diagramas de precipitación	<i>15</i>
2.5 Tratamientos térmicos y termo-mecánicos de aceros eléctricos al silicio de grano orientado.....	<i>17</i>
2.5.1 Tratamiento termo-mecánico.....	<i>17</i>



2.5.2 Laminación en frío.....	17
2.5.3 Tratamiento térmico de recocido de recristalización estática.....	18
2.5.3.1 Recristalización primaria	19
2.5.3.2 Recristalización secundaria.....	19
2.6 Efecto de los elementos de aleación y microaleantes de aceros eléctricos al silicio de grano orientado.....	20
2.6.1 Efecto del silicio	20
2.6.2 Efecto del carbono	20
2.6.3 Efecto del manganeso.....	20
2.6.4 Efecto del azufre.....	21
2.6.5 Efecto del titanio.....	21
2.6.6 Efecto del boro.....	21
2.7 Inhibidores del acero al silicio de grano orientado	22
2.7.1 Sulfuros de manganeso (MnS)	22
2.7.2 Nitruros de aluminio AlN.....	22
2.7.3 Otros inhibidores	22
2.8 Orientación cristalográfica preferencial de aceros eléctricos al silicio	23
2.8.1 Texturas de aceros al silicio de grano orientado.....	23
2.8.2 Textura de fibra α	24
2.8.3 Textura de fibra γ	24
2.8.4 Textura Goss.....	25
CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	27
3.1 Composición química de aceros eléctricos al silicio.....	28
3.2 Predicciones JMatPro ® v 9.1.2.....	28
3.2.1 Diagramas de equilibrio de fase	28
3.2.2 Diagramas metaestables	28
3.2.3 Propiedades termo-físicas.....	29
3.2.4 Propiedades eléctricas y magnéticas	29
3.3 Fabricación de aceros eléctricos al silicio	29
3.3.1 Materias primas	29
3.3.2 Cálculo de carga	31



3.3.3	Proceso de fabricación en horno de inducción al vacío.....	32
3.3.4	Análisis químico.....	32
3.4	Tratamientos térmicos y termo-mecánicos	33
3.4.1	Tratamiento termo-mecánico.....	33
3.4.2	Laminación en frío.....	35
3.4.3	Tratamiento térmico de recocido de recristalización primaria	35
3.4.4	Tratamiento térmico de recocido de recristalización secundaria.....	36
3.5	Caracterización metalográfica.....	37
3.5.1	Preparación de muestras	37
3.5.2	Microscopía óptica (LOM).....	38
3.5.3	Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS).....	38
3.6	Caracterización por difracción de electrones retrodispersados (EBSD).....	38
3.7	Caracterización estructural.....	40
3.7.1	Difracción de rayos-X (DRX)	40
3.8	Caracterización mecánica.....	41
3.8.1	Microdureza Vickers	41
3.9	Caracterización de propiedades eléctricas.....	41
3.9.1	Potencial termoeléctrico	41
3.9.2	Medición de resistividad eléctrica por el método de cuatro puntas.....	43
CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....		45
4.1	Composición química de aceros eléctricos	45
4.2	Resultados JMatPro ® v 9.1.2.....	45
4.2.1	Diagramas de equilibrio	45
4.2.2	Diagramas metaestables	47
4.2.3	Diagramas de propiedades eléctricas y magnéticas.....	48
4.2.4	Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas de los aceros eléctricos al silicio...	51
4.3	Microscopía óptica de luz (LOM).....	52
4.3.1	Identificación de fases	52
4.3.2	Tamaño de grano promedio.....	55
4.4	Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	57
4.4.1	Micrografías generales	57



4.4.1.1 Análisis SEM-EDS	60
4.4.2 Análisis de precipitados.....	61
4.4.2.1 Análisis SEM-EDS.....	61
4.4.2.2 Mapeos químicos	75
4.5 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD).....	79
4.5.1 Análisis EBSD en condición de segunda laminación en frío	79
4.5.1.1 Mapas de calidad	80
4.5.1.2 Figuras de polo inversas	81
4.5.1.3 ODF's.....	82
4.5.2 Análisis de EBSD en condición de primera y segunda recristalización.....	84
4.5.2.1 Mapas de calidad	84
4.5.2.2 Figuras de polo inversas	86
4.5.2.3 ODF's.....	89
4.6 Difracción de rayos-X (DRX).....	95
4.7 Microdureza Vickers.....	97
4.8 Potencial termoeléctrico.....	98
4.9 Medición de resistividad eléctrica por el método de cuatro puntas	99
<i>CAPÍTULO V. CONCLUSIONES.....</i>	<i>102</i>
RECOMENDACIONES PARA TRABAJO A FUTURO	104



ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Desarrollo histórico de la reducción de pérdidas en el núcleo de aceros al silicio [6].	7
Figura 2.2. Ciclo de histéresis, B= Inducción magnética, H= Campo magnético aplicado. a) Ferromagnético blando, b) Ferromagnético duro.	8
Figura 2.3. Refinamiento de dominios de 180° entre paredes mediante la eliminación de dominios en la superficie [21].	13
Figura 2.4. Propiedades magnéticas. a) Dependencia de tamaño de grano, b) Permeabilidad [22].	14
Figura 2.5. Propiedades importantes dependientes del porcentaje de silicio [23]......	14
Figura 2.6. Diagrama binario Fe-Si calculado mediante Calphad [24]......	16
Figura 2.7. Precipitados de aceros eléctricos con 3%Si [25].	16
Figura 2.8. Textura de acero al silicio de grano orientado [37].	24
Figura 2.9. Espacio de Euler en 3D de las fibras α y γ [38]......	25
Figura 3.1. Diagrama de flujo de fabricación y caracterización de aceros al silicio de grano orientado.	27
Figura 3.2. Materias primas para la fabricación de aceros eléctricos al silicio de grano orientado.	30
Figura 3.3. Dimensiones de lingotera (cm).	31
Figura 3.4. Fabricación de aceros eléctricos al silicio de grano orientado.	32
Figura 3.5. Muestra de análisis químico mediante espectrometría de chispa en acero al silicio de grano orientado.	33
Figura 3.6. Ciclo de tratamiento de laminación en caliente.	34
Figura 3.7. Laminación en caliente de aceros eléctricos al silicio de grano orientado.	34
Figura 3.8. Ciclo de tratamiento térmico de recristalización primaria y secundaria R1.	36
Figura 3.9. Ciclo de tratamiento térmico de recristalización primaria y secundaria R2.	37
Figura 3.10. Diagrama esquemático del efecto Seebeck [42].	42
Figura 3.11. Equipo de potencial termoeléctrico.....	42
Figura 3.12. a) Equipo de medición de resistividad eléctrica, b) Arreglo de cuatro puntas.....	43
Figura 4.1. Diagramas de fases en equilibrio calculados mediante JMatPro ® v 9.1.2. a-c) 0-100%, b) 0-0.30%, d) 0-0.08%.....	47



Figura 4.2. Diagramas de fases metaestables calculados mediante JMatPro ® v 9.1.2. a-c) 0-100%, b-d) 0-0.06%.	48
Figura 4.3. Diagramas de propiedades eléctricas y magnéticas calculados mediante JMatPro ® v 9.1.2. a-d) Conductividad eléctrica, b-e) Resistividad eléctrica, c-f) Permeabilidad magnética.....	50
Figura 4.4. Evolución microestructural del acero Fe-3.7Si. a) Condición de solidificación. b) Primera laminación en caliente. c) Segunda laminación en caliente. d) Primera laminación en frío. e) Segunda laminación en frío. f) Recristalización primaria R1. g) Recristalización primaria R2. h) Recristalización secundaria R1. i) Recristalización secundaria R2.	53
Figura 4.5. Evolución microestructural del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. a) Condición de solidificación. b) Primera laminación en caliente. c) Segunda laminación en caliente. d) Primera laminación en frío. e) Segunda laminación en frío. f) Recristalización primaria R1. g) Recristalización primaria R2. h) Recristalización secundaria R1. i) Recristalización secundaria R2	55
Figura 4.6. Gráfico de evolución de tamaño de grano promedio utilizando el método de intercepción lineal. a) acero Fe-3.7Si, b) acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.....	57
Figura 4.7. Imágenes de SEM de la evolución microestructural de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. a)-e) Condición de solidificación, b)-f) Primera laminación en frío, c)-g) Recristalización primaria ruta 1, d)-h) Recristalización secundaria ruta 1.	59
Figura 4.8. Análisis puntual químico de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de primera laminación en caliente.	60
Figura 4.9. Análisis de precipitados en condición de solidificación.	62
Figura 4.10. Análisis de precipitados en condición de primera laminación en caliente.	64
Figura 4.11. Análisis de precipitados en condición de segunda laminación en caliente.....	65
Figura 4.12. Análisis de precipitados en condición de primera laminación en frío.	67
Figura 4.13. Análisis de precipitados en condición de segunda laminación en frío.	68
Figura 4.14. Análisis de precipitados en condición de recristalización primaria R1.	70
Figura 4.15. Análisis de precipitados en condición de recristalización primaria R2.	71
Figura 4.16. Análisis de precipitados en condición de recristalización secundaria R1.....	72
Figura 4.17. Análisis de precipitados en condición de recristalización secundaria R2.....	74



Figura 4.18. Mapeos químicos elementales. a, d) Solidificación, b, e) Laminación en caliente 2, c, f) Laminación en frío1.	76
Figura 4.19. Mapeos químicos elementales. a, d) Segunda laminación en frío, b, e) Recristalización primaria ruta 1, c, f) Recristalización primaria ruta 2.....	77
Figura 4.20. Mapeos químicos elementales recristalización secundaria ruta2.....	78
Figura 4.21. Deconvolución de boro. a) Partícula analizada, b) Deconvolución.....	79
Figura 4.22. a) Barra de identificación para ángulos de Euler, b) Triángulo de orientación colorimétrica para los mapas IPF.	80
Figura 4.23. Mapas de calidad e IPF-X. a, c) patrón de calidad + Euler. b, d) Patrón de calidad + IPF-X.....	81
Figura 4.24. Figura de polos. a) Fe-3.7Si, b) Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.	82
Figura 4.25. Figura 4.25. ODF. a) Fe-3.7Si, b) Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.	83
Figura 4.26. Mapas de calidad de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. a, c) Condición de recristalización primaria, b, d) Condición de recristalización secundaria.	85
Figura 4.27. Figura de polos de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de recristalización primaria y secundaria.	87
Figura 4.28. Figura de polos con orientación de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de recristalización primaria y secundaria.....	88
Figura 4.29. ODF's en condición de TTRC1 R1. a) Fe-3.7Si, b) Fe-3.7Si.0.06Ti-0.003B.	89
Figura 4.30. Representación de las componentes de textura en la celda unitaria comparadas con la textura Goss, fibra α y γ en condición de recristalización primaria. a) Acero Fe-3.7Si, b) Acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.	91
Figura 4.31. ODF's en condición de TTRC2 R1. a) Fe-3.7Si, b) Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.....	92
Figura 4.32. Representación de las componentes de textura en celda unitaria y componentes de textura encontradas comparadas con la textura Goss, fibra α y γ en condición de recristalización secundaria. a) Acero Fe-3.7Si, b) Acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.	94
Figura 4.33. Difractogramas en condición de solidificación y laminación en caliente y frío.....	95
Figura 4.34. Difractogramas en condición de recristalización primaria y secundaria.	96
Figura 4.35. Perfil de microdureza Vickers. a) Fe-3.7Si, b) Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.....	98
Figura 4.36. Potencial termoeléctrico.....	99



Figura 4.37. Resistencia en condición de TTRC1 R2 donde ρ es la resistividad eléctrica y σ es la conductividad eléctrica. a) Acero Fe-Si, b) Acero Fe-Si-Ti-B..... 100

Figura 4.38. Resistencia en condición de TTRC2 R1, donde ρ es la resistividad eléctrica y σ es la conductividad eléctrica. a) Acero Fe-Si, b) Acero Fe-Si-Ti-B..... 101



ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Clasificación de aceros al silicio de grano orientado [11].....	9
Tabla 2.2. Recopilación de composiciones químicas de aceros al silicio de grano orientado.	9
Tabla 2.3. Propiedades mecánicas de aceros eléctricos comerciales de grano orientado [17-19].....	11
Tabla 2.4. Propiedades eléctricas del acero comercial de POSCO [17].....	11
Tabla 2.5. Propiedades eléctricas de aceros al silicio de grano orientado de ARMCO [18-19] ..	12
Tabla 2.6. Aplicación de los aceros eléctricos [10].	15
Tabla 2.7. Composición química de acero calculado por Thermocalc [25].	16
Tabla 2.8. Orientaciones y ángulos de Euler Φ de la fibra α [37].	24
Tabla 2.9. Orientaciones y ángulos de Euler de la fibra γ [38].	25
Tabla 2.10. Orientación y ángulos de Euler de la textura Goss [26].	26
Tabla 3.1. Composición química de las materias primas.	30
Tabla 3.2. Cálculo de carga de aceros al silicio de grano orientado.....	31
Tabla 3.3. Condiciones de trabajo para ensayos de EBSD.....	39
Tabla 3.4. Relaciones de conversión de ángulos de Euler a índices de Miller [40].	40
Tabla 3.5. Tarjetas de difracción para identificación de fases obtenidas mediante Copyright © Bruker AXS 2009-2018 v7.3.1.....	40
Tabla 3.6. Parámetros de ensayos de resistividad eléctrica.	44
Tabla 4.1. Composición química de aceros eléctricos al silicio de grano orientado (% en peso).	45
Tabla 4.2. Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas a temperatura ambiente calculadas con JMatPro ® v, 1.2.....	51
Tabla 4.3. EDS deconvolución de boro.	79
Tabla 4.4. Ángulos de Euler e índices Miller de componentes de mayor intensidad en condición de LAM F2.	84
Tabla 4.5. Índices de Miller para planos y direcciones de componentes de textura en condición de TTRC1 R1.	90
Tabla 4.6. Índices de Miller para planos y direcciones de componentes de textura en condición de TTRC2 R1.	93
Tabla 4.7. Parámetros de red.	96



NOMENCLATURA

Tabla de abreviaturas

Abreviatura	Descripción
DRX	Difracción de rayos-X
EBSD	Difracción de electrones retrodispersados
Fibra α	Orientación preferencial en la dirección $[1\bar{1}0]$
Fibra γ	Orientación preferencial en el plano (111)
Goss	Orientación preferencial (100) [001].
HV	Microdureza Vickers
HRA	Microdureza Rockwell A
LOM	Microscopía óptica
ODF	Función de distribución de orientación
SEM	Microscopía electrónica de barrido

Tabla de símbolos

Símbolo	Descripción
α	Ferrita BCC
μ	Permeabilidad magnética
μm	Micrómetros
ρ	Resistividad eléctrica
σ	Conductividad eléctrica
Ω	Ohm
GPa	Gigapascal
h	Hora
I	Intensidad de corriente
kg	Kilogramo
kV	Kilovolt
mA	Miliamper
ms	Microsegundo
mV	Milivolt
t	Espesor de la muestra
V	Volt



RESUMEN

Los aceros eléctricos al silicio son materiales ferromagnéticos blandos que poseen la cualidad de ser magnetizados y desmagnetizados fácilmente, ya que presentan ciclos de histéresis estrechos. Por ende, su desarrollo y estudio es de suma importancia, ya que reducen el consumo energético en aplicaciones electro-magnéticas. Sus principales aplicaciones son en núcleos para transformadores, generadores de energía y motores. El presente trabajo de investigación tuvo como objetivo principal estudiar el efecto de la adición simultánea de Ti y B sobre la microestructura, propiedades mecánicas, eléctricas y magnéticas de un nuevo acero eléctrico de grano orientado con 3.7% Si, así como determinar las componentes de textura generadas durante la recristalización. Los aceros se fabricaron en un horno de inducción al vacío, y posteriormente se realizó una serie de tratamientos de acondicionamiento microestructural que involucraron laminaciones en caliente y frío, así como tratamientos de recristalización primaria y secundaria. En cada una de las condiciones los aceros fueron caracterizados metalográfica, estructural y mecánicamente mediante microscopía óptica de luz (LOM), microscopía electrónica de barrido (SEM), difracción de electrones retrodispersados (EBSD), difracción de rayos-X (DRX) y microdureza Vickers. Las propiedades eléctricas fueron determinadas mediante ensayos de potencial termoeléctrico (PTE) y resistividad eléctrica. La evolución microestructural de los aceros bajo estudio presentó granos equiaxiales burdos en condición de solidificación ($> 700 \mu\text{m}$), mientras que en recristalización primaria los granos fueron finos y equiaxiales ($< 35 \mu\text{m}$). En el tratamiento de recristalización secundaria se generó el crecimiento de grano extremadamente burdo ($>300 \mu\text{m}$). La adición de Ti y B tuvo un mejor efecto de refinamiento de grano en la condición de recristalización secundaria. Se encontraron precipitados inhibidores de diferente naturaleza, tales como AlN, MnS y Ti (C, N), los cuales tuvieron un efecto positivo en la textura y tamaño de grano. El análisis de EBSD presentó que el acero microaleado desarrolló componentes de textura más cercanas a la Goss. Los resultados de DRX mostraron que la fase predominante es la ferrita. La microdureza en la condición final de recristalización secundaria fue ligeramente mayor a 180 HV, y en general la adición de Ti y B no presentó un efecto significativo. La conductividad eléctrica en condición de recristalización secundaria fue ligeramente más alta en el acero microaleado ($7.92 \times 10^5 \Omega^{-1}/\text{m}^{-1}$) respecto al de referencia ($4.96 \times 10^5 \Omega^{-1}/\text{m}^{-1}$).

Palabras clave: Acero eléctrico de grano orientado; elementos microaleantes Ti/B; Laminación en caliente/frío, Recristalización primaria y secundaria; Textura Goss



ABSTRACT

Silicon electrical steels are soft ferromagnetic materials that possess the property of being easily magnetized and demagnetized, since they present narrow hysteresis cycles. So its research and development (R & D) is of countless importance matter, since it reduces the energy consumption. Being this said, its main applications are in cores for transformers, power generators and electric motors. The main objective of this research is to study the effect of simultaneous addition of Ti and B on the microstructure, mechanical properties, electric and magnetic properties of a novel electrical steel of grain oriented with 3.7 % Si, as well as to determine the texture components during primary and secondary recrystallization. Such steels were manufactured in a vacuum induction furnace. Afterwards a series of microstructural conditioning treatments were carried out, involving hot and cold rolling, and primary and secondary recrystallization heat treatments. In each of the conditions, the steels were characterized metallographic, structural and mechanically using light optical microscopy (LOM), scanning electron microscopy (SEM), electron backscatter diffraction (EBSD), X-ray diffraction (XRD) and Vickers microhardness. The electrical properties were determined through thermoelectric potential and electrical resistivity tests. The microstructural evolution the studied steels presented coarse equiaxial grains in as-cast condition ($> 700 \mu\text{m}$), meanwhile in the primary recrystallization condition the grains were fine and equiaxial ($< 35 \mu\text{m}$). In the secondary recrystallization treatment, grain growth was generated, resulting in excessively coarse sizes ($> 300 \mu\text{m}$). The addition of Ti and B had a greater grain refining effect in the secondary recrystallization condition. Inhibitor precipitates of complex nature such as AlN, MnS and Ti (C, N) were found, which had a positive effect on the size and texture of the grain. The EBSD analysis showed that microalloyed steel developed texture components closer to Goss texture. The XDR results indicate that the predominant phase is ferrite. The microhardness in the final condition of secondary recrystallization was slightly higher than 180 HV; and, in general the addition of Ti and B did not have a significant effect in this property. The electrical conductivity in the secondary recrystallization condition was slightly higher in the Ti and B microalloyed steel ($7.92 \times 10^5 \Omega^{-1} / \text{m}^{-1}$) than the reference steel ($4.96 \times 10^5 \Omega^{-1} / \text{m}^{-1}$).

Keywords: Grain oriented electrical steel; Ti and B microalloying element; Hot/cold rolling; Goss texture; Primary and secondary recrystallization.



CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

1.1 Introducción

El desarrollo de los primeros aceros eléctricos comenzó cuando Hadfield publicó un trabajo que mostraba que la adición de silicio y aluminio en los aceros aumentaba significativamente la resistencia eléctrica del acero, lo que a su vez disminuía las corrientes parásitas inducidas por el campo magnético [1]. Actualmente, los aceros utilizados para la fabricación de aparatos eléctricos y magnéticos se basan en la adición de silicio para lograr las propiedades físicas que exigen los dispositivos. En general, los aceros eléctricos de grano orientado contienen menos de 0.04% de C y entre 3 y 6% de Si, así como contenidos menores de Mn, Al, Cu, S, P, Nb y N [2], donde las propiedades magnéticas dependen principalmente del porcentaje de silicio, estructura cristalina, nivel de pureza y tamaño de grano; no obstante, si el porcentaje de silicio es muy elevado el acero tiende a fragilizarse. Los aceros eléctricos al silicio se clasifican en aceros de grano orientado y de grano no orientado. Los de grano orientado se caracterizan por tener una estructura cristalográfica tipo Goss, la cual tiene una alta anisotropía y se define por una componente de textura (110) <001>. Los aceros eléctricos de grano no orientado no poseen una textura específica [3]. La importancia a nivel mundial de la fabricación de este tipo de aceros se debe a que disminuyen la pérdida de histéresis (resistencia de un material a ser magnetizado) y las corrientes parásitas (campos magnéticos que se oponen al efecto del campo magnético aplicado), lo cual equivale a bajas pérdidas magnéticas del núcleo y una alta permeabilidad magnética. Además, prolongan la vida útil de los equipos eléctricos, ya que disminuyen el calentamiento por trabajo y facilitan la refrigeración [4]. La reducción del consumo de energía en los aceros de alto silicio los hace ideal para la fabricación de núcleos de equipos eléctricos, como transformadores, motores, dínamos y alternadores [5]. Los aceros eléctricos de grano orientado normalmente tienen un contenido de 3% de Si, y son procesados de tal manera que las propiedades magnéticas óptimas se desarrollan en la dirección de laminación, debido a un control estricto de la orientación de los granos. Debido a la orientación especial, la densidad de flujo magnético se incrementa en un 30% en la dirección de laminación, aunque su punto de saturación magnética se reduce en un 5%. Se utilizan para fabricar núcleos de transformadores de alta eficiencia y electroimanes [5], es decir, en componentes magnéticos estáticos.



1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo general

El objetivo general de este proyecto de investigación es diseñar, fabricar y caracterizar metalográfica, estructural, mecánica, eléctrica y magnéticamente aceros eléctricos al silicio de grano orientado modificados con Ti/B.

1.2.2 Objetivos particulares

1. Diseñar composiciones químicas de aceros eléctricos al silicio de grano orientado modificados con Ti/B.
2. Determinar diagramas teóricos de fases en equilibrio, metaestables y diagramas de propiedades teóricas como conductividad eléctrica, resistividad eléctrica y permeabilidad magnética de aceros eléctricos de grano orientado mediante JMatPro® v 9.1.2.
3. Fabricar aceros eléctricos al silicio de grano orientado en horno de inducción al vacío.
4. Diseñar y realizar tratamientos térmicos y termo-mecánicos de acondicionamiento microestructural de aceros eléctricos al silicio de grano orientado.
5. Determinar la naturaleza metalográfica de aceros eléctricos al silicio de grano orientado, mediante microscopía óptica (LOM)
6. Determinar la naturaleza de partículas inhibitoras (precipitados) de aceros eléctricos al silicio de grano orientado, mediante microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS).
7. Determinar la orientación cristalográfica preferencial (textura) de los aceros al silicio de grano orientado modificados, mediante ensayos de difracción de electrones retrodispersados EBSD (Electron backscatter diffraction).
8. Determinar la naturaleza estructural de las fases presentes de aceros eléctricos de grano orientados modificados, mediante difracción de rayos-X (DRX).
9. Determinar la resistencia de aceros eléctricos al silicio de grano orientado modificados, mediante ensayos de microdureza Vickers.
10. Determinar las propiedades eléctricas y magnéticas de los aceros al silicio de grano orientado modificados, mediante potencial termoeléctrico, corrientes de Eddy y medición de resistividad eléctrica por el método de cuatro puntas.



1.3 Justificación

En la actualidad los aceros eléctricos al silicio de grano orientado no se producen en México, teniendo que importarse principalmente de Estados Unidos y Europa. Los aceros eléctricos de grano orientado desarrollan una densidad de flujo magnético superior de 30% en dirección de laminación, respecto a los aceros eléctricos de grano no orientado. El desarrollo de aceros eléctricos de grano orientado está acorde de las nuevas políticas energéticas y ecológicas que ayudan a mitigar el problema de la contaminación ambiental, ya que estos aceros prolongan la vida útil de los equipos debido a que disminuyen el calentamiento y facilitan la refrigeración durante el funcionamiento. Existe poca información en la literatura especializada sobre las propiedades de aceros eléctricos microaleados con Ti/B.



1.4 Hipótesis

Argumentos:

- i) El Si mejora las propiedades eléctricas y magnéticas del Fe-(BCC), ya que disminuye las corrientes parásitas.
- ii) Los aceros eléctricos al silicio de grano orientado favorecen la textura preferencial tipo Goss (110) $\langle 001 \rangle$.
- iii) Los dominios magnéticos se magnetizan más fácilmente en la textura tipo Goss ya que se encuentran uniformemente orientados en una dirección específica.
- iv) La presencia de partículas precipitadas en aceros eléctricos al silicio refinan el tamaño de grano y promueven la orientación cristalográfica preferencial.
- v) El Ti/B como elementos microaleantes ($< 0.20\%$ en peso) son formadores de partículas precipitadas, que ayudan al refinamiento de grano.

Proposición:

En base a los argumentos anteriores se espera que la adición de Ti (0.06% en peso) y B (30 ppm) como elementos microaleantes del acero al silicio de grano orientado Fe-3.7Si mejore las propiedades mecánicas, eléctricas y magnéticas. Asimismo, se espera que las partículas precipitadas de Ti/B actúen como inhibidores para favorecer la orientación cristalográfica preferencial tipo Goss (100) $\langle 001 \rangle$.



1.5 Metas científicas

1. Aportar un nuevo conocimiento sobre el comportamiento metalúrgico de los aceros al silicio de grano orientado modificados con Ti/B.
2. Lograr un refinamiento de tamaño de grano menor de 50 μm , con orientación preferencial (100) $\langle 001 \rangle$.
3. Obtener una conductividad eléctrica superior a $20 \times 10^5 \Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ (conductividad de referencia de aceros de grano orientado comerciales).
4. Lograr una permeabilidad magnética de 1.5 T (permeabilidad de referencia de aceros de grano orientado comerciales).



CAPÍTULO II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aceros eléctricos al silicio

2.1.1 Generalidades

El desarrollo de los primeros aceros eléctricos comenzó en 1900 cuando Hadfield realizó un trabajo que consistió en añadir silicio y aluminio en un acero, provocando un aumento en la resistencia eléctrica, lo que a su vez disminuyó las corrientes de parásitas [1]. Para 1933 Goss inventó un proceso de fabricación de aceros al silicio con orientación preferencial, el cual involucró una recristalización secundaria. Posteriormente, este proceso se desarrolló industrialmente a escala por la American Roller Mill Company (ARMCO) [6].

El desarrollo histórico de los aceros al silicio de grano orientado se resume en la **figura 2.1**, donde se observa como fue la evolución de las pérdidas en el núcleo a través de los años [6].

La importancia de los aceros eléctricos es debido a que pueden incrementar la vida útil de dispositivos y equipos eléctricos, así como disminuir en peso y tamaño las características de estos dispositivos. Esto se debe a la disminución pérdidas por histéresis y por corrientes parásitas en el núcleo y al incremento de inducción magnética [4].

Según Wiener [7], en 1964 la producción de energía eléctrica en Estados Unidos era de 850 millones de kWatt h por año. Aún con pequeñas pérdidas de energía, esto equivaldría a grandes pérdidas millonarias. Actualmente debido a las exigencias en pro del medio ambiente y económicas, se continúa trabajando para mejorar la eficiencia de estos aceros.

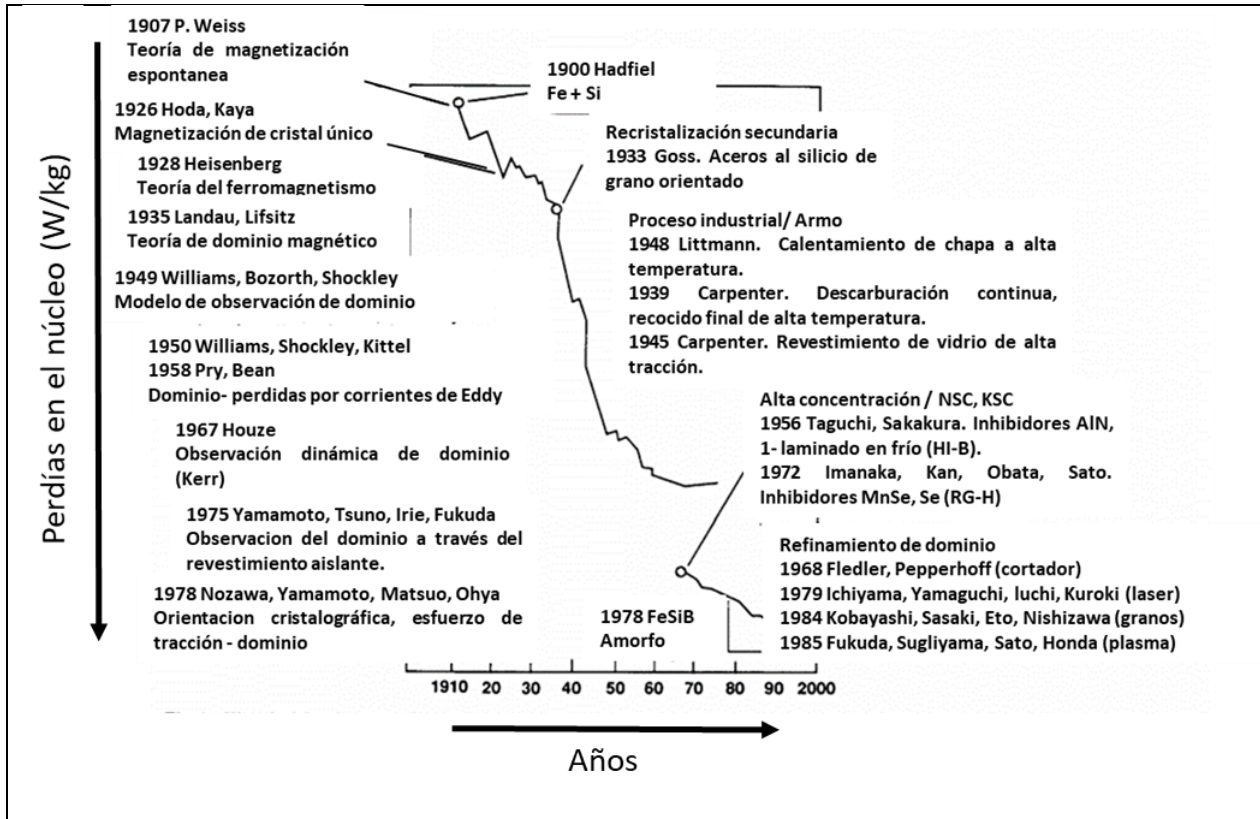


Figura 2.1. Desarrollo histórico de la reducción de pérdidas en el núcleo de aceros al silicio [6].

2.1.2 Magnetismo en aceros eléctricos al silicio

Los materiales magnéticos se clasifican principalmente en diamagnéticos, paramagnéticos y ferromagnéticos. Estos últimos se caracterizan por magnetizarse con facilidad provocando un ordenamiento de todos los momentos magnéticos de los dominios al aplicarle un campo magnético, con la peculiaridad que al retirar el campo queda un magnetismo remanente. Así mismo los materiales ferromagnéticos se clasifican en ferromagnéticos blandos y duros, donde los blandos poseen ciclos de histéresis estrechos lo cual facilita su magnetización y desmagnetización gracias a la baja fuerza coercitiva que presentan. Ejemplos de estos materiales son los aceros al silicio. Por otro lado, los ferromagnéticos duros presentan ciclos de histéresis anchos ya que una vez que han sido magnetizados es muy difícil desmagnetizarlos y las fuerzas coercitivas que presentan son altas [8].

La figura 2.2 muestra el ciclo de histéresis de materiales ferromagnéticos blandos y duros. Se observa como los materiales ferromagnéticos blandos tienen alta inducción magnética utilizando



bajos campos magnéticos. Mientras que ferromagnéticos duros presentan menor inducción magnética y necesitan campos magnéticos altos.

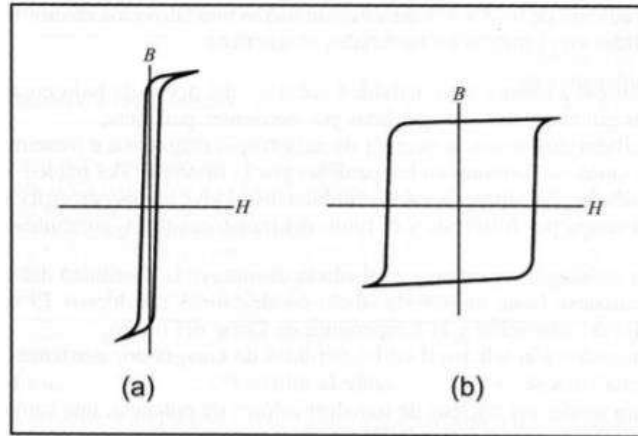


Figura 2.2. Ciclo de histéresis, B= Inducción magnética, H= Campo magnético aplicado. a) Ferromagnético blando, b) Ferromagnético duro.

2.1.3 Clasificación de aceros eléctricos al silicio

Existen dos clases importantes en los aceros al silicio, i) Aceros al silicio de grano orientado, y ii) Aceros al silicio de grano no orientado. Los aceros al silicio de grano orientado son ampliamente utilizados en la industria debido a sus excelentes propiedades magnéticas y eléctricas. Presentan pocas pérdidas de energía las cuales se reflejan en ahorros energéticos. Principalmente estos aceros se utilizan como núcleos de transformadores eléctricos, pues presentan permeabilidad magnética alta y baja megnetoestricción. La calidad de estos aceros depende en gran medida de la orientación preferencial, tamaño de grano, espesor y composición química [9]. Los aceros al silicio de grano orientado presentan una orientación preferencial, llamada textura Goss $(110) \langle 001 \rangle$, la cual facilita la magnetización [3]. Generalmente el contenido de silicio para aceros de grano orientado es 3 %, pues el porcentaje mínimo para desarrollar textura es de 2.2% de Si, mientras que el máximo contenido para el caso de aceros comerciales es de 3.4%, ya que por arriba de este porcentaje es más difícil deformar [10]. Estos aceros a su vez se pueden clasificar según el tipo de partículas inhibitoras, de grado convencional y de alta permeabilidad. La **tabla 2.1** muestra la clasificación de los aceros al silicio de grano orientado comerciales de acuerdo a sus partículas.



Tabla 2.1 Clasificación de aceros al silicio de grano orientado [11].

Clasificación de aceros de grano orientado	Características	Tipo de partículas inhibidoras
Grado convencional	Presentan una desorientación de 7° en la dirección <001>	MnS
Alta permeabilidad	Presentan una desorientación de 3 a 4° en la dirección <001>.	Tipo 1: AlN+MnS
		Tipo 2: MnSe+Sb, Mo
		Tipo 3: B+N+S o Se

La **tabla 2.2** muestra diferentes composiciones químicas de aceros al silicio de grano orientado experimentales, según diferentes autores.

Tabla 2.2. Recopilación de composiciones químicas de aceros al silicio de grano orientado.

Composición (% en peso)									Referencia
C	Si	Mn	S	P	Cu	Al	Nb	N	
0.06	3.1	0.16	0.013	---	0.04	0.02	---	0.015	[11]
0.003	1.95	0.02	0.02	0.013	---	0.004	---	0.0108	[12]
0.057	3.31	0.090	0.026	---	---	---	---	---	[13]
0.005	2.98	0.103	0.017	---	0.488	---	---	0.004	[14]
0.005	3.18	0.085	0.02	---	---	---	0.061	0.005	
0.005	3	0.2	0.02	---	---	0.027	---	0.0083	[15]

Los aceros al silicio de grano no-orientado tienen propiedades magnéticas isotrópicas, es decir, sus propiedades serán el promedio de las orientaciones de sus granos. Esto reduce sus costos de producción debido a que su acondicionamiento microestructural es menos riguroso que el de los aceros al silicio de grano orientado. Estos aceros son esencialmente utilizados en máquinas



rotativas, por tal motivo es importante que tengan buenas propiedades de resistencia mecánica, soldabilidad y conformabilidad [16]. Estos aceros pueden clasificarse de acuerdo a su contenido de silicio, ya sea de bajo de contenido de silicio 0% a 3%, y alto contenido de silicio mayor de 3% [10].

2.2 Propiedades de los aceros eléctricos al silicio

2.2.1 Propiedades mecánicas

Las principales propiedades mecánicas de los aceros al silicio son: i) ductilidad, la cual disminuye al incrementar el contenido de silicio, ii) dureza, que esta depende de la composición química, y iii) resistencia a la tracción que depende de la composición química y la microestructura.

Una de las empresas que se dedica a la fabricación de aceros eléctricos de grano-orientado y no-orientado es POSCO. Sus productos de acero de grano orientado son: i) PG Core, ii) PH Core y iii) PHD Core. El acero PG Core presenta una orientación en la dirección de laminación, por lo que posee buenas propiedades magnéticas. Principalmente es utilizado en transformadores de diversos tamaños. Los aceros PH presentan menor pérdida del núcleo y mayor densidad de flujo magnético. Es por ello que facilita la disminución del tamaño de maquinaria. Se utiliza como núcleo de hierro de transformadores de potencia. El acero PHD Core es un acero que reduce las pérdidas del núcleo debido a que presenta un refinamiento del dominio magnético trazado con láser, y con ello reduce la magnetostricción [17].

Otra compañía dedicada a la producción comercial de aceros eléctricos de grano orientado es ARMCO. Sus productos son: i) Carlite y ii) Tran-Core H. EL acero Carlite tiene alta permeabilidad magnética y pocas pérdidas en el núcleo, y es utilizado para todo tipo de transformadores [18]. El acero Tran-Core es un acero con dominio magnético refinado mediante trazado con láser que reduce las pérdidas en el núcleo [19].

La **tabla 2.3** muestra las propiedades mecánicas en dirección de laminación de los aceros eléctricos de grano orientado comerciales de POSCO y ARMCO. Se observa que las propiedades mecánicas no varían significativamente en ambos aceros comerciales.

**Tabla 2.3.** Propiedades mecánicas de aceros eléctricos comerciales de grano orientado [17-19].

Compañía	Productos comerciales	Espesor (mm)	Resistencia a la tracción (N/mm ²)	Límite de elasticidad (N/mm ²)	Elongación (%)	Dureza
POSCO	PG-Core	0.30	345	330	12	180 HV
	PH-Core	0.30	345	330	16	181HV
	PHD-Core	0.30	345	330	16	183HV
ARMCO	CARLITE	----	352	331	9	81 HRA
	TRAN-COR	----	359	345	11	83 HRA

2.2.2 Propiedades eléctricas

Las propiedades eléctricas de los materiales son aquellas que determinan el comportamiento del material al pasar una corriente eléctrica. Las principales propiedades eléctricas de los aceros al silicio de grano orientado son: i) conductividad eléctrica, y ii) resistividad eléctrica. La conductividad eléctrica los materiales se puede clasificar en tres tipos: conductores, semiconductores y aislantes [20]. Los aceros al silicio se comportan como materiales conductores.

La **tabla 2.4** presenta algunos valores de propiedades eléctricas de aceros al silicio de grano orientado comerciales de la compañía POSCO. El acero que presenta menores pérdidas en el núcleo es el PHD-Core 30PHD095, con 0.68 W/Kg a W15/50 y 0.63 W/Kg a W17/50 [17].

Tabla 2.4. Propiedades eléctricas del acero comercial de POSCO [17].

Producto	Grado	Espesor (mm)	Densidad (kg/dm ³)	Resistividad ($\Omega \cdot m$)	Pérdida del núcleo W/Kg	
					W15/50	W17/50
PG-Core	30PG120	0.30	7.65	48×10^{-8}	0.83	1.17
PH-Core	30PH100	0.30	7.65	48×10^{-8}	0.74	0.99
PHD-Core	30PHD095	0.30	7.65	48×10^{-8}	0.68	0.63



Los aceros producidos por ARMCO tienen mayor resistividad. El acero TRAN-CORE H-2 CARLITE DR tiene menores pérdidas del núcleo, con valores de 0.74 W/Kg a 1.5 T y 1W/Kg a 1.7 T. En la **tabla 2.5** se observan los valores típicos de los aceros al silicio de grano orientado de ARMCO [19].

Tabla 2.5. Propiedades eléctricas de aceros al silicio de grano orientado de ARMCO [18-19].

Producto	Grado	Espesor (mm)	Densidad (kg/dm ³)	Resistividad (Ω • m)	Pérdida del núcleo W/Kg		Inducción mínima a 800/m, T
					50 Hz		
					1.5 T	1.7 T	
CARLITE	M-5/125	0.30	7.65	51 x10 ⁻⁸	0.86	1.25	1.800
TRAN-CORE	H-2 CARLITE DR	0.30	7.65	50 x10 ⁻⁸	0.74	1.00	1.880

2.2.3 Propiedades magnéticas

Como ya se ha mencionado anteriormente los aceros eléctricos poseen buenas propiedades magnéticas debido a que disminuyen las pérdidas de energía en el núcleo, que se refiere a las pérdidas por histéresis (resistencia de un material para ser magnetizado, poca disipación de energía por ciclo), y pérdida de corrientes parásitas (campos magnéticos que se oponen al efecto del campo magnético) [21]. Cuando los momentos dipolares magnéticos de los átomos de materiales ferromagnéticos se alinean por sí mismos en una dirección paralela se generan dominios magnéticos (región dentro de un material magnético que presenta magnetización uniforme). Los aceros al silicio de grano orientado presentan dos dominios magnéticos, de 180° y 90°, al reducir el espacio entre la pared (volumen de transición entre los dominios magnéticos) y el dominio de 180° las corrientes parásitas decrecen, provocando que aumenten los dominios de 180°. En la **figura 2.3** se muestran los espaciamientos de la pared de dominio, usando dominios de 180°.

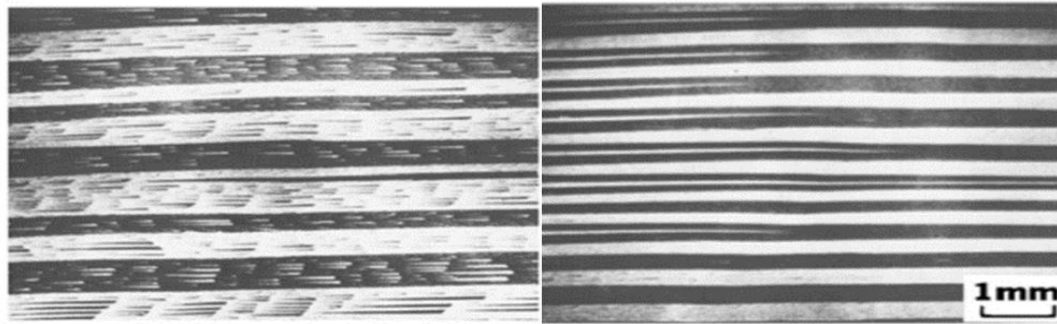


Figura 2.3. Refinamiento de dominios de 180° entre paredes mediante la eliminación de dominios en la superficie [21].

En un estudio de Arai y colaboradores [22] determinaron las propiedades magnéticas de un acero eléctrico de grano orientado ultra fino, con 3% de Si, donde el acero fue sometido a un tratamiento de refinación de dominio magnético con espesor muy fino de alrededor de $32 \mu\text{m}$. Bajo estas condiciones se controla el tamaño de grano y a su vez las propiedades magnéticas, como las pérdidas por histéresis, por corrientes parásitas y permeabilidad magnética, tal y como se muestra en la **figura 2.4 a)**. Los autores reportan que el tamaño de grano juega un papel importante en las propiedades antes mencionadas ya que a medida que el tamaño de grano crece, las pérdidas por corrientes parásitas incrementan, mientras que las pérdidas por histéresis disminuyen. Se observa que con tamaño de grano mayor a 2 mm las pérdidas de energía en el núcleo son altas. Por lo que el tamaño de grano ideal de acuerdo con Arai y colaboradores es de aproximadamente de 0.7 mm. La **figura 2.4 b)** muestra la permeabilidad relativa de diferentes aleaciones, donde se observa que la aleación con dominio magnético refinado presenta valores de permeabilidad mas altos. Así mismo se observa que la frecuencia es mas alta con permeabilidades bajas.

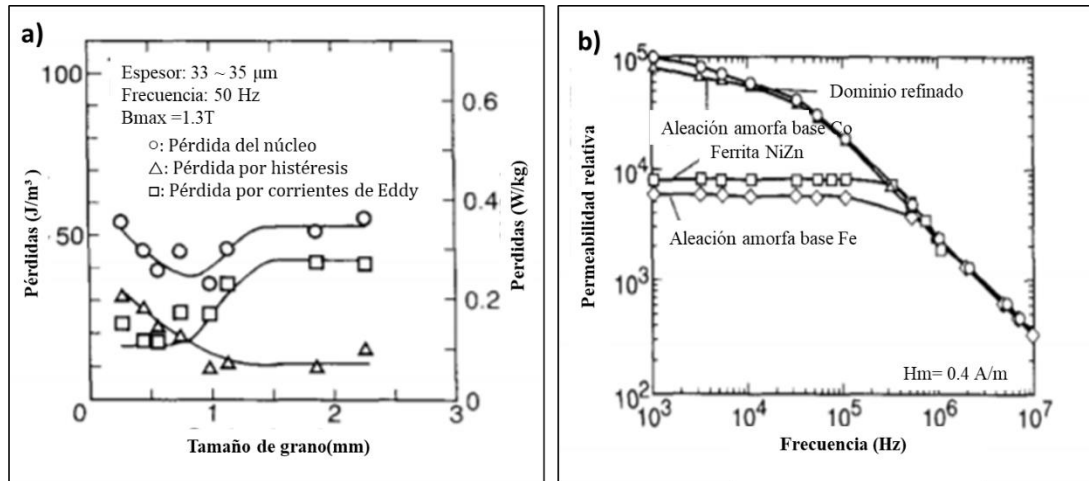


Figura 2.4. Propiedades magnéticas. a) Dependencia de tamaño de grano, b) Permeabilidad [22].

Littmann [23] reporta la variación de las propiedades magnéticas de acuerdo al porcentaje de silicio. A medida que incrementa el porcentaje de silicio la anisotropía del material disminuye junto con la saturación de magnetostricción. Mientras que la resistencia aumenta a medida que el porcentaje de silicio es mayor. También muestra que la temperatura de Curie es mayor cuando el contenido de silicio es menor como se muestra en la figura 2.5.

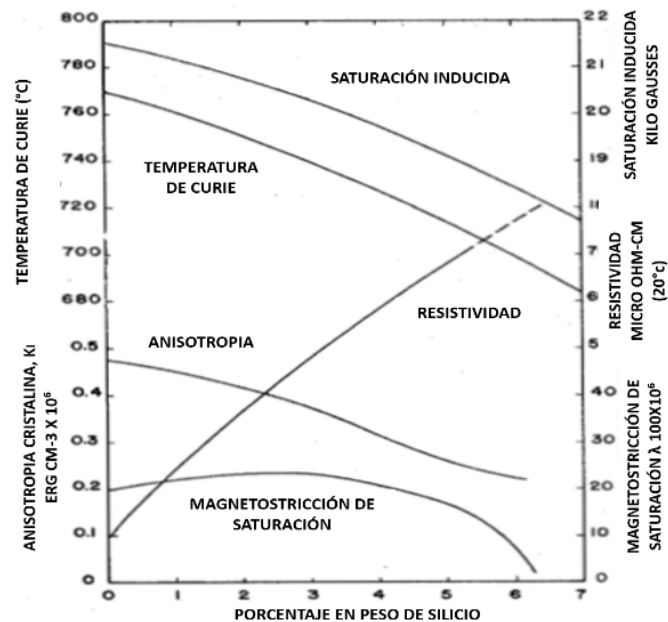


Figura 2.5. Propiedades importantes dependientes del porcentaje de silicio [23].



2.3 Aplicaciones

La **tabla 2.6**, muestra la aplicación de los aceros eléctricos de grano orientado y no orientado según Moses [10].

Tabla 2.6. Aplicación de los aceros eléctricos [10].

Aplicación	Acero de grano no orientado			Acero de grano orientado	
	Sin silicio	Bajo silicio	Alto silicio	Convencional	Alta permeabilidad
Motores pequeños	←————→				
Balastos de lamparas	←————→				
Motores medianos de AC	←————→				
Transformadores de AC	←————→				
Transformadores de audio	←————→				
Transformadores de pequeña potencia	←————→				
Máquinas de rotación grande	←————→				
Generadores medianos	←————→				
Transformadores de distribución	←————→				
Transformadores de potencia	←————→				

2.4 Sistema Fe-Si

2.4.1 Diagrama de equilibrio Fe-Si

Ohnuma y colaboradores [24] reportaron las fases principales y la presencia de segundas fases de acuerdo al diagrama Fe-Si. Dichas fases son: austenita, ferrita, fase B₂ (FeSi) y fase D0₃ (Fe₃Si), mientras las segundas fases reportadas son: Fe₂Si, Fe₅Si₃, FeSi, FeSi₂. La **figura 2.6** muestra el diagrama binario Fe-Si determinado por medio del CALPHAD. Este método consiste en recopilar resultados termodinámicos experimentales junto con la información experimental de equilibrio de fases.

2.4.2 Diagramas de precipitación

Jenkins y colaboradores [25] calcularon los precipitados de un acero eléctrico con 3% Si, mediante el uso del software Thermocalc. Los precipitados que determinaron fueron M₃P, AlN, MnS, M (C, N), M₂₃C₆ y fases de Laves. Tener precipitados en el producto final del acero eléctrico puede afectar las propiedades magnéticas. No obstante, si se tienen precipitados de tamaño menor a 30 nm no es



perjudicial en las propiedades magnéticas. La composición química del acero se muestra en la **tabla 2.7**. La **figura 2.7** muestra la formación de precipitados en un acero eléctrico con 3% Si.

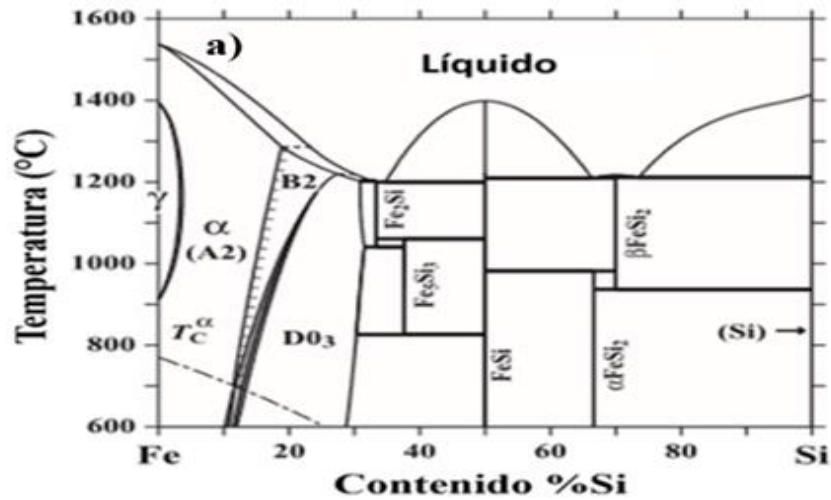


Figura 2.6. Diagrama binario Fe-Si calculado mediante Calphad [24].

Tabla 2.7. Composición química de acero calculado por Thermocalc [25].

Si	C	Ti	Al	Mn	P	S	V	Nb	N
3.0	0.002	0.005	1.0	0.1	0.01	0.003	0.001	0.001	0.002

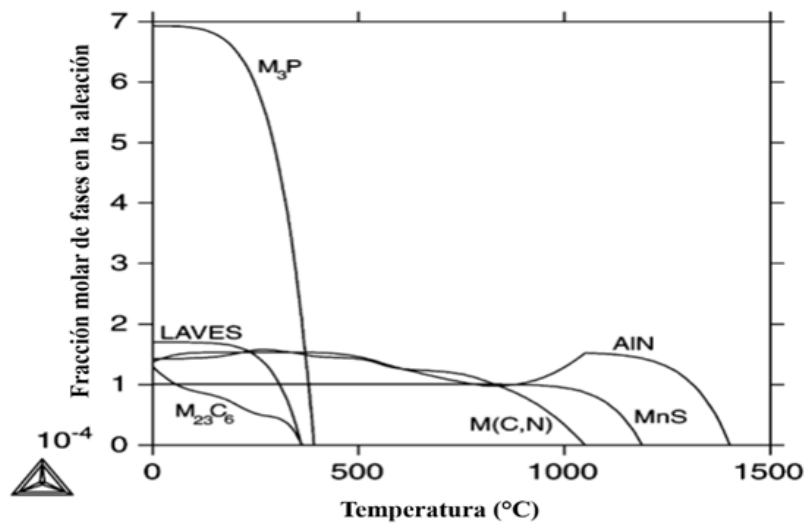


Figura 2.7. Precipitados de aceros eléctricos con 3%Si [25].



2.5 Tratamientos térmicos y termo-mecánicos de aceros eléctricos al silicio de grano orientado

La importancia de los tratamientos térmicos y termo-mecánicos es debido a que comprenden un cambio en la microestructura y las propiedades del material. Generalmente los tratamientos que se encuentran involucrados en la fabricación de aceros eléctricos al silicio son: i) Tratamiento térmico de recocido de recristalización, ii) tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente, y iii) laminación en frío.

2.5.1 Tratamiento termo-mecánico

Los tratamientos termo-mecánicos son tratamientos de acondicionamiento microestructural, que involucran deformación plástica con tratamientos térmicos, con el objetivo de transformar una nueva microestructura recristalizada dinámicamente con mejores propiedades.

Liu y colaboradores [11] realizaron un estudio sobre la evolución de la microestructura de los aceros eléctricos de grano orientado. Partieron de una lámina solidificada de 3.8 mm de espesor enfriada en agua a temperatura ambiente. La composición química del acero fue; 0.06 C, 3.1 Si, 0.16 Mn, 0.013 S, 0.02 Al, 0.40 Cu, 0.015 N (% en peso). Posteriormente realizaron un tratamiento termo-mecánico a 1100°C hasta un espesor de 2.3 mm, con enfriamiento al aire hasta temperatura ambiente, dónde obtuvieron una microestructura compuesta por grandes granos alargados y pequeñas colonias de granos finos.

En algunos estudios realizados por distintos autores omiten el tratamiento termo-mecánico, ya que utilizan el método de solidificación de doble rodillo, que optimiza tiempo y costos. Este método consiste en la fabricación de tiras delgadas de hasta 0.2 mm de espesor, partiendo desde el metal en estado líquido.

2.5.2 Laminación en frío

Este tratamiento mecánico involucra grandes deformaciones y una gran cantidad de energía acumulada en el material, debido a la densidad de dislocaciones presentes. Para el caso de los aceros al silicio de grano orientado este tratamiento ayuda a ir orientando a los granos en la dirección de conveniencia.



En el trabajo de Liu y colaboradores [11], realizaron dos laminaciones en frío, la primera después de un tratamiento térmico de normalizado hasta un espesor de 0.8 mm. La segunda laminación fue después de un tratamiento de recocido intermedio, hasta un espesor de 0.27 mm. La microestructura obtenida consistió en granos deformados y presencia de una gran cantidad de bandas de corte en el interior del grano.

Por otro lado Song y colaboradores [26] realizaron cuatro rutas de acondicionamiento microestructural de laminación en frío, para un acero eléctrico de grano orientado con 3.32% de Si. Partieron de una lámina delgada fabricada por el método de solidificación de doble rodillo la cual fue sometida a un tratamiento de recocido, para posteriormente ser laminada. La diferencia de estas rutas fue el porcentaje de deformación y la cantidad de laminaciones en frío aplicadas. La ruta I consistió de una laminación en frío hasta un espesor de 0.27 mm, con reducción de 88%. La ruta II consideró dos laminaciones en frío, la primera después del primer recocido y la segunda después de un recocido intermedio hasta obtener un espesor final de 0.27 mm, con reducción total de 138%. La ruta III también considera dos laminaciones, la primera después del primer tratamiento de recocido, y la segunda laminación después de un tratamiento de recocido intermedio hasta obtener un espesor de 0.27 mm, con una reducción total de 131%. Para la ruta IV el porcentaje de reducción total fue del 128%, y del mismo modo se llevaron dos laminaciones en frío hasta un espesor final de 0.27 mm. Los resultados que obtuvieron mostraron que las rutas II y III que consideraron dos laminaciones en frío después de la recristalización primaria tuvieron una microestructura de granos homogéneos y con una textura preferencial Goss en recristalización secundaria.

2.5.3 Tratamiento térmico de recocido de recristalización estática

El tratamiento de recocido de recristalización estática es un tratamiento que se produce por la nucleación de nuevos granos sin deformación, que crecen y consumen la matriz trabajada en frío. La velocidad de nucleación y velocidad de crecimiento para la recristalización depende de la cantidad de deformación aplicada, la temperatura de recocido, tamaño de grano previo y la temperatura de deformación.



2.5.3.1 Recristalización primaria

En el tratamiento térmico de recristalización primaria se empieza a presentar diferentes componentes de textura como la fibra γ y fibra α . La componente de textura Goss se presenta débilmente. Estas componentes son de suma importancia para que durante la recristalización secundaria la componente de textura Goss sea la que domine.

La temperatura de tratamiento térmico de recristalización primaria del trabajo de Liu y colaboradores fue a 830°C con tiempo de permanencia de cuatro minutos. Los resultados de las micrografías de este tratamiento arrojaron granos finos y equiaxiales [11].

En el estudio de Song y colaboradores [26] realizaron un tratamiento térmico de recristalización primaria a 830°C con un tiempo de permanencia de tres minutos. De acuerdo con las rutas de acondicionamiento microestructural, la ruta que obtuvo una microestructura con granos más equiaxiales fue la ruta III, esta ruta es la que tuvo un mayor porcentaje de reducción de área.

2.5.3.2 Recristalización secundaria

Regularmente estos tratamientos se realizan a temperaturas altas y tiempos de permanencia largos con la finalidad de que la componente de textura Goss que empezó a formarse durante la recristalización primaria tenga el tiempo suficiente para crecer y al mismo tiempo sea la componente de textura predominante.

Para dar paso a la recristalización secundaria Liu y colaboradores [11] realizaron un recocido a 1200°C durante 20 horas en una atmósfera de 100% H₂. Los resultados obtenidos demuestran que sí hay componente de textura Goss.

Song y colaboradores [26] también usaron la temperatura de 1200°C para el tratamiento térmico de recocido de recristalización secundaria, pero ellos lo realizaron con un tiempo de permanencia de 10 horas, utilizando una velocidad de calentamiento lenta de 20°C/h. Los resultados obtenidos fueron muy positivos, pues se obtuvo una fuerte componente de textura Goss.



2.6 Efecto de los elementos de aleación y microaleantes de aceros eléctricos al silicio de grano orientado

2.6.1 Efecto del silicio

La adición de silicio en los aceros eléctricos aumenta la resistividad eléctrica lo que se refleja en la disminución de corrientes parásitas, y la anisotropía magnética mediante la saturación magnética, lo que favorece a un aumento en la permeabilidad magnética. Normalmente el contenido de silicio en aceros eléctricos es de 3.25% ya que al aumentar el contenido puede causar el agrietamiento en el material al momento de laminarlo, o bien causar fragilidad en el material. Para el caso de propiedades mecánicas la ductilidad disminuye al incrementar el contenido de silicio [27].

2.6.2 Efecto del carbono

En el sistema Fe-Si el contenido de carbono promueve la recristalización primaria y a la vez disminuye el tamaño de grano durante la recristalización. La composición regular de los aceros eléctricos comerciales es de 3% Si y 0.007% C. Con el aumento el contenido de carbono la resistencia a la tensión aumenta. Mientras menor sea el contenido de carbono la fase predominante será la ferrita [28].

2.6.3 Efecto del manganeso

En un estudio realizado por Nakayama y colaboradores [29] demostraron que la presencia de manganeso en aceros eléctricos forma precipitados de MnS que funcionan como inhibidores ante el crecimiento de grano. El tener precipitados más finos favorece a la inhibición del crecimiento de grano durante el recocido, el tamaño de los precipitados reportados fue de 1 μm . También reportan que con el aumento del contenido de manganeso las pérdidas en núcleo disminuyen, ya que las pérdidas por corrientes parásitas decaen.



2.6.4 Efecto del azufre

Nakayama y colaboradores [29] también reportaron que el contenido de azufre está relacionado con las propiedades magnéticas. Al realizar un estudio sobre diferentes materiales a distintos contenidos de azufre demostraron que las pérdidas en el núcleo aumentan al incrementar el contenido de azufre y la inducción magnética disminuye. Además, el azufre reacciona con el Mn para formar precipitados de MnS y si el tamaño del precipitado es fino ayudará al refinamiento de grano.

2.6.5 Efecto del titanio

Nakayama y colaboradores [30] realizaron un estudio sobre el efecto del titanio en las propiedades magnéticas en aceros eléctricos, y reportaron que al incrementar el contenido de titanio el tamaño de grano disminuye, lo que favorece a la disminución de pérdidas del núcleo ya que la inducción magnética es afectada por el tamaño de grano. Con contenidos de titanio menores a 0.016 % este precipita formando TiC. Mientras que en porcentajes mayores de 0.016 % de titanio se forman precipitados de (Fe, Ti) que actúan como inhibidores durante el crecimiento de grano.

2.6.6 Efecto del boro

Kim y colaboradores [31] realizaron un estudio del efecto del boro sobre un acero eléctrico con 6.5 % Si. Buscaban mejorar las propiedades de ductilidad para lograr una laminación más efectiva, ya que al tener contenidos de silicio elevados ocasiona pérdidas en la ductilidad del material. Concluyeron que al utilizar boro como microaleante en cantidad mayor a 530 ppm éste tiende a segregarse en los límites de grano, causando un refinamiento del grano. Sin embargo, para cantidades menores de 530 ppm el boro no alcanza el nivel crítico para poder segregarse en los límites de grano. Por otra parte, también demostraron que la adición de boro mejora la ductilidad, como se ha demostrado en otros aceros. Aunque no se conocen bien los motivos, la adición de B ejerce un efecto de “pegamento” sobre los límites de grano, que inhibe la aparición de grietas intergranulares en caliente. Por otro lado, Fu y colaboradores [32] reportaron que cuando el contenido de B aumenta de 0 a 0.058% existe un refinamiento en el ancho promedio de granos columnares de un acero Fe-6.5 %Si en condición de solidificación.



2.7 Inhibidores del acero al silicio de grano orientado

Las partículas de segundas fases que se encuentran dispersas en la matriz del acero al silicio controlan el tamaño de grano durante la recristalización primaria y a su vez promueven la orientación preferencial Goss. Debido a este efecto de los precipitados se les conoce como inhibidores.

2.7.1 Sulfuros de manganeso (MnS)

Los precipitados de MnS se forman desde temperaturas elevadas, actúan como inhibidores del tamaño de grano y propician la orientación preferencial. Fang y colaboradores [33] señala que estas partículas precipitan principalmente en límites de grano, cuyo diámetro aproximado es de entre 40 a 150 nm, favoreciendo el efecto de inhibición de grano.

2.7.2 Nitruros de aluminio AlN

Otras de las partículas precipitadas que actúan como inhibidores del tamaño de grano y propician la orientación preferencial son los AlN, que también se forman a temperaturas elevadas. Aunque, en el trabajo de Fang y colaboradores estas partículas no fueron observadas antes del tratamiento de recocido, menciona a que es debido a que la temperatura tiene gran influencia en la precipitación de AlN, pues estas partículas se forman a una temperatura mayor que los MnS [33].

2.7.3 Otros inhibidores

Feng y colaboradores [34] estudiaron el efecto del Nb sobre los precipitados de los inhibidores de los aceros al silicio de grano orientado en un acero con diferentes contenidos de Nb. Demostraron que el Nb acelera la precipitación de los inhibidores y acorta el periodo de incubación de los precipitados. Esto es debido a que después de la deformación las partículas inhibidoras como Nb (C, N), AlN y MnS se encuentran relajadas y dispersas en la matriz, y son inducidas a precipitar y nuclear principalmente en los límites de grano y en las dislocaciones, lo cual evita el deslizamiento de dislocaciones. Concluyeron que el Nb acelera la precipitación de inhibidores y acorta el período de incubación, así como al aumentar el contenido de Nb la temperatura de precipitación de Nb (C,



N) incrementa gradualmente. Mientras que los MnS no se ven afectados por los diferentes contenidos de Nb.

2.8 Orientación cristalográfica preferencial de aceros eléctricos al silicio

2.8.1 Texturas de aceros al silicio de grano orientado

La textura de los aceros eléctricos juega un papel muy importante en las propiedades magnéticas. Los aceros al silicio de grano orientado presentan una orientación cristalográfica preferencial $(110) \langle 001 \rangle$. Goss [35] fue quien produjo una textura preferente en láminas recocidas de aceros al silicio, llamada más tarde textura de tipo Goss $(110) \langle 001 \rangle$. Se basó en el principio de Honda y Kaya [35] que reportaron la existencia de anisotropía magnética en Fe, así como la dirección preferencial de magnetización $\langle 100 \rangle$. Las compañías Armco y Nippon Steel fueron las primeras en comercializar los aceros eléctricos de grano orientado. Estudios demostraron que la textura de tipo Goss se presenta después de la recristalización primaria, sin embargo, después de la laminación en frío aparece una textura característica de laminación en frío: $(112) \langle 110 \rangle$ y $(111) \langle 110 \rangle$. En recristalización primaria existe una débil fracción volumétrica de granos con orientación Goss y durante la segunda recristalización se presenta el crecimiento de granos Goss a expensas de otros granos. El crecimiento de los granos es controlado por elementos como Al, N, Mn, S y Se, los cuales forman precipitados que inhiben el crecimiento de grano [35]. Por otro lado, Gheorghies y colaboradores [36] estudiaron la evolución de la textura de los aceros al silicio con composición diferente. El contenido de silicio no varió, pero el Nb solo se adicionó a un acero. Se dieron cuenta que durante la laminación en caliente a una temperatura de 1000°C las tres muestras presentaban una mayor componente de textura de tipo Goss, mientras que a temperaturas más elevadas de laminación la textura Goss disminuyó. Las placas de acero al silicio laminadas en caliente pueden presentar diferentes texturas entre las que se encuentran $(110) \langle 100 \rangle$, $(111) \langle 112 \rangle$, $(112) \langle 110 \rangle$ y $(100) \langle 110 \rangle$. En la laminación en frío y recocido de recristalización primaria a 920°C se observó que al tener un mayor tiempo de permanencia la textura Goss es preferente. En el recocido de recristalización secundaria se obtuvo un aumento en el tamaño de grano. Para inhibir el crecimiento de grano se usaron tres inhibidores diferentes. La muestra que utilizó Nb como inhibidor de crecimiento de grano obtuvo mejores resultados. La **figura 2.8** [37] muestra la textura particular de los aceros al silicio de grano orientado.

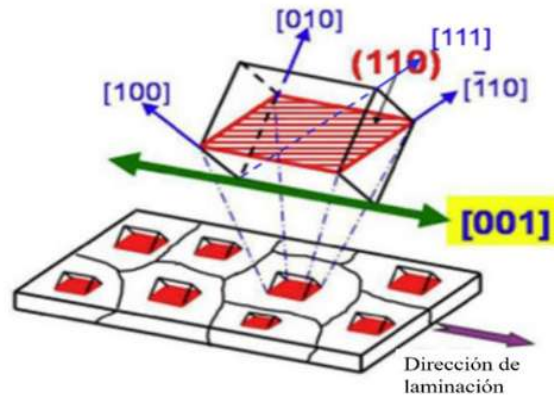


Figura 2.8. Textura de acero al silicio de grano orientado [37].

2.8.2 Textura de fibra α

Las orientaciones de esta fibra se presentan en la misma dirección, $[1\bar{1}0]$. Esta textura comienza a formarse desde la laminación en frío. En la **tabla 2.8** se observan las orientaciones de la fibra α , así como sus ángulos de Euler [38].

Tabla 2.8. Orientaciones y ángulos de Euler Φ de la fibra α [37].

Orientación	Ángulos de Euler $[\phi_1 \Phi \phi_2]$
(001) $[1\bar{1}0]$	[0 0 45]
(112) $[1\bar{1}0]$	[0 35 45]
(111) $[1\bar{1}0]$	[0 55 45]

2.8.3 Textura de fibra γ

Es una fibra que no es óptima para las propiedades magnéticas. Presenta una componente de textura que normalmente se presenta en mayor porcentaje después de la recristalización primaria. Presenta un conjunto de orientaciones en el plano (111). La **tabla 2.9** muestra la orientación y ángulos de Euler de la fibra γ [39].



Tabla 2.9. Orientaciones y ángulos de Euler de la fibra γ [38].

Orientación	Ángulos de Euler [ϕ_1 Φ ϕ_2]
(111) [$1\bar{1}0$]	[0 0 45]
(111) [$1\bar{2}0$]	[0 13 45]
(111) [$0\bar{1}1$]	[30 55 45]
(111) [$\bar{1}\bar{1}2$]	[90 55 45]

Existe una componente de textura a la cual la fibra γ y la fibra α se interceptan. Esta componente es (111) [110]. La **figura 2.9** muestra la intercepción de estas dos componentes de textura [38].

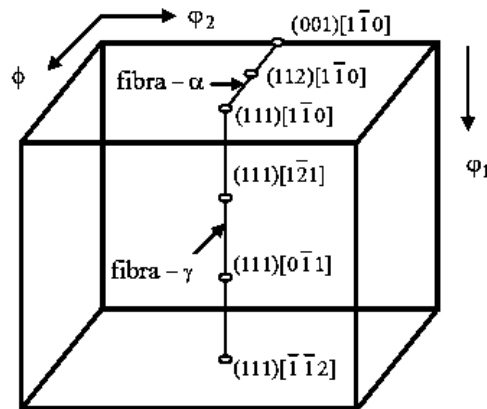


Figura 2.9. Espacio de Euler en 3D de las fibras α y γ [38].

2.8.4 Textura Goss

Después del primer tratamiento de recristalización primaria, la textura Goss empieza a aparecer en pequeños porcentajes. Posterior a la recristalización secundaria se puede observar un mayor porcentaje de componente de textura Goss. Song y colaboradores [26] señalan que la textura Goss crece a expensas de la componente de fibra γ . De aquí se entiende que entre más componentes de textura γ se tengan durante la recristalización primaria, se verá reflejado en el incremento de



porcentaje de fracción volumétrica de textura Goss después de la recristalización secundaria. La **tabla 2.10** muestra la componente de textura Goss con sus ángulos de Euler.

Tabla 2.10. Orientación y ángulos de Euler de la textura Goss [26].

Orientación	Ángulos de Euler [ϕ_1 Φ ϕ_2]
(110) [001]	[90 90 45]



CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

La **figura 3.1** muestra el diagrama del procedimiento experimental del acero eléctrico al silicio de grano orientado de este trabajo de investigación.

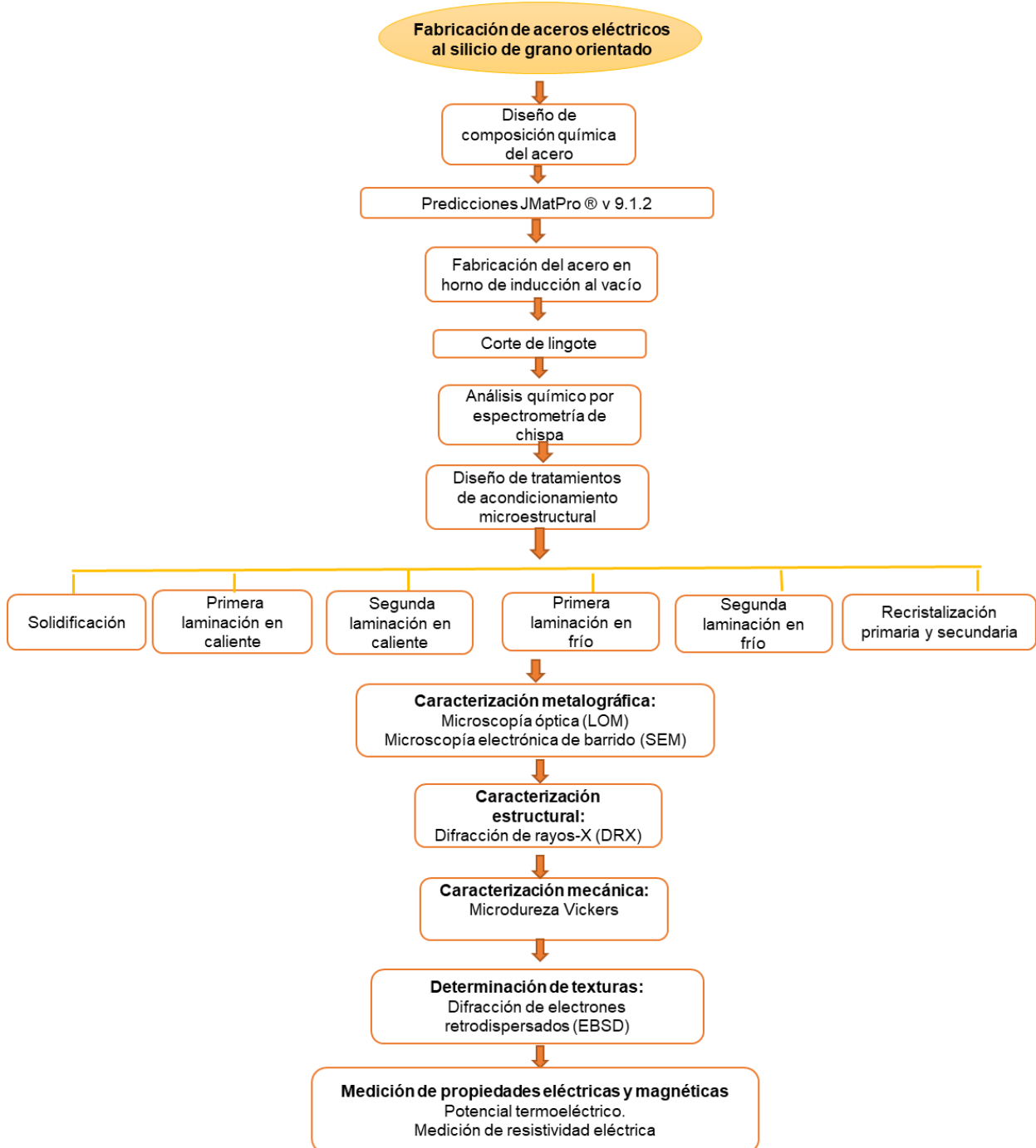


Figura 3.1. Diagrama de flujo de fabricación y caracterización de aceros al silicio de grano orientado.



3.1 Composición química de aceros eléctricos al silicio

Para el desarrollo de este proyecto de investigación se fabricaron dos aceros eléctricos al silicio de grano orientado, de diferente composición. El primer acero fabricado fue el de referencia, cuya composición en % en peso fue Fe-3.7 Si, mientras que el segundo acero fue microaleado con Ti y B, su composición en % en peso fue Fe- 3.7 Si- 0.06Ti- 0.0030B. La composición química de los aceros bajo estudio fue seleccionada con la finalidad de mejorar las propiedades eléctricas y magnéticas. Donde el contenido de silicio fue ligeramente mayor a los aceros eléctricos de grano orientado comerciales (3-3.5% Si). Los porcentajes de Ti y B se eligieron en base al efecto microaleante efectivo ($< 0.20\%$).

3.2 Predicciones JMatPro® v 9.1.2

JMatPro® v 9.1.2 es un software de simulación que se utiliza para calcular las propiedades de las aleaciones mediante modelos termodinámicos. Mediante este software se calcularon: i) Diagramas de equilibrio de fase estable y metaestable, ii) Propiedades mecánicas, ii) Propiedades termo-físicas y físicas, iii) Propiedades eléctricas y magnéticas.

3.2.1 Diagramas de equilibrio de fase

Para el cálculo de los diagramas de equilibrio de las aleaciones a estudiar se utilizó el software JMatPro® v 9.1.2, con el objetivo de identificar las fases y compuestos de ambos sistemas, así como para analizar su comportamiento en condiciones de enfriamiento lento.

3.2.2 Diagramas metaestables

Los diagramas metaestables del acero de referencia y el microaleado con Ti/B se calcularon mediante el uso del software JMatPro® v 9.1.2. Con la ayuda de estos diagramas metaestables se pudo analizar el comportamiento de estas aleaciones en condiciones fuera del equilibrio termodinámico, es decir a velocidades de enfriamiento rápido.



3.2.3 Propiedades termo-físicas

Con la predicción de las propiedades termo-físicas se pudo estudiar y comparar entre las dos aleaciones cuál presenta mejores propiedades de acuerdo a su composición química. Para la predicción de las propiedades se usó el software JMatPro® v 9.1.2. Dentro de las propiedades termo-físicas que se calcularon se encuentran: coeficiente de expansión térmica, entropía, energía libre de Gibbs, capacidad calorífica, difusividad líquida, viscosidad líquida, volumen molar, coeficiente de Poisson, calor específico, conductividad térmica, densidad, módulo de corte, tensión superficial y módulo de Young.

3.2.4 Propiedades eléctricas y magnéticas

Las propiedades eléctricas y magnéticas también fueron calculadas en JMatPro® v 9.1.2 para cada aleación de acuerdo a su composición química, donde se pudo determinar qué aleación presenta mejores propiedades eléctricas y magnéticas. Las propiedades calculadas con este software fueron: conductividad eléctrica, resistividad eléctrica y permeabilidad magnética.

3.3 Fabricación de aceros eléctricos al silicio

3.3.1 Materias primas

La materia prima que se utilizó fue chatarra de Fe de alta pureza en forma de bloc, aglomerados de silicio electrolítico, aglomerados de Fe-Ti y gránulos de boro de aproximadamente 3 mm. Los blocs fueron limpiados para remover el óxido en la superficie para evitar contaminación durante la fusión. Una vez que los blocs fueron limpiados todos los elementos fueron pesados en una balanza de precisión electrónica de marca OHAUS para asegurar el peso correcto. La **tabla 3.1** muestra la composición química de las materias primas que utilizaron para la fabricación de los aceros al silicio. La **figura 3.2** muestra las materias primas usadas para la fabricación de acero eléctricos al silicio de grano orientado. Para la colada de los aceros se fabricaron dos lingoteras de placa de acero. Las dimensiones de la placa fueron de 1.27 cm de espesor por 15 cm de altura. Las dimensiones de las lingoteras se muestran en la **figura 3.3**.



Tabla 3.1. Composición química de las materias primas.

Materia prima	Composición química (% en peso)										
	B	C	Al	Si	P	S	Ca	Ti	V	Mn	Fe
Chatarra LC	----	0.031	----	0.037	0.08	0.013	----	---	0.011	0.127	Bal.
Si electrolítico	----	----	0.097	99.69	----	----	0.013	---	----	----	0.196
Fe-Ti	----	----	----	----	----	----	----	74	----	----	26
B	99.9	----	----	----	----	----	----	---	----	----	----



Figura 3.2. Materias primas para la fabricación de aceros eléctricos al silicio de grano orientado.

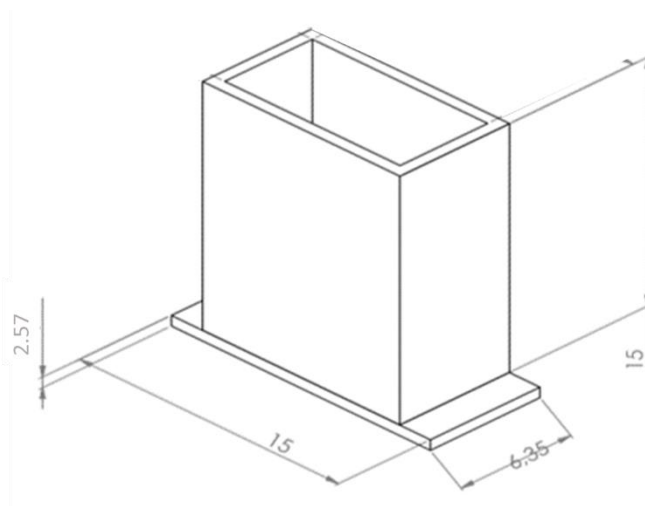


Figura 3.3. Dimensiones de lingotera (cm).

3.3.2 Cálculo de carga

Para el cálculo de carga se tomó en cuenta no sobrepasar la capacidad máxima del crisol del horno de inducción al vacío y del volumen de la lingotera. La **tabla 3.2** resume el cálculo de carga para la fabricación del acero Fe-3.5 Si y el acero Fe- 3.5 Si- 0.06 Ti- 0.003 B.

Tabla 3.2. Cálculo de carga de aceros al silicio de grano orientado.

Acero	Materia prima	Contenido (g)	Carga total (g)
Fe- 3.5 Si	Chatarra LC	6490	6732.17
	Si electrolítico	242.17	
Fe-3.5 Si-0.06 Ti-0.003 B	Chatarra LC	5566	5778.65
	Si ê	207.8	
	Fe-Ti	4.68	
	B	0.1733	



3.3.3 Proceso de fabricación en horno de inducción al vacío

Una vez que se limpió y pesó la materia prima se realizó la fusión del acero en un horno de inducción al vacío de la marca Inductotherm ubicado en el Laboratorio de Fundición del IIMM-UMSNH. Inicialmente se colocó la chatarra de Fe dentro del crisol de zirconia, y sobre ésta se colocó el silicio. Para el caso del acero microaleado con Ti/B, éstos se agregaron después de que la chatarra y el silicio se fundieron. Primero, se agregó el titanio y subsecuentemente el boro. Las dimensiones del lingote que se obtuvieron fueron 15 cm de altura x 10 cm de ancho x 5 cm de espesor. La **figura 3.4** muestra el lingote del acero eléctrico al silicio de grano orientado.

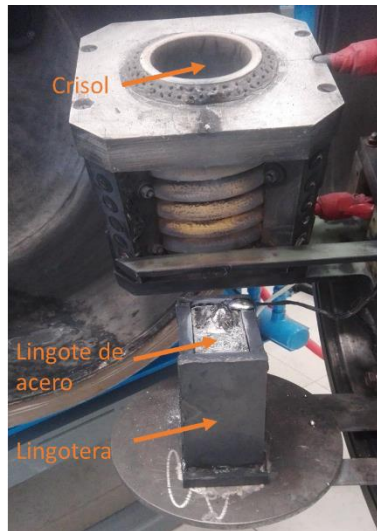


Figura 3.4. Fabricación de aceros eléctricos al silicio de grano orientado.

3.3.4 Análisis químico

El análisis químico de los dos aceros eléctricos al silicio de grano orientado se realizó mediante espectroscopía de emisión por chispa en un equipo Q4 TASMAN BRUKER. Este es un equipo estandarizado que permite la detección de elementos químicos. Su principio es la obtención de chispas entre dos electrodos, que produce un plasma de vapor en el cátodo, permitiendo la detección de elementos químicos. Se utilizaron dos patrones estandarizados para el análisis químico de los aceros, debido a que no se tiene un patrón específico para aceros al silicio. Los patrones utilizados fueron los de aceros de baja aleación AISI 4130 y aceros de alto Mn. El contenido de silicio también



se corroboró mediante SEM-EDS en el microscopio electrónico de barrido equipo JEOL modelo JMS-6400 del IIMM-UMSNH. La **figura 3.5** muestra el acero al silicio de grano orientado después del análisis químico.

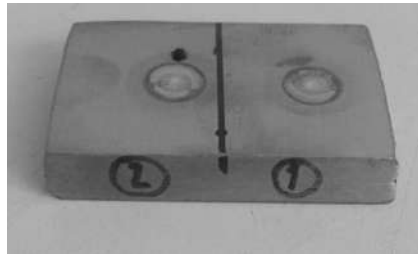


Figura 3.5. Muestra de análisis químico mediante espectrometría de chispa en acero al silicio de grano orientado.

3.4 Tratamientos térmicos y termo-mecánicos

3.4.1 Tratamiento termo-mecánico

Con el objetivo de reducir el espesor de las muestras y eliminar la microestructura de solidificación, se realizó una primera laminación en caliente a 1150°C a una velocidad de calentamiento de 350°C/h . Después de la laminación las muestras se dejaron enfriar en horno apagado. Las muestras fueron recubiertas con pintura de zirconia para protegerlas de la oxidación durante el tratamiento. El calentamiento se realizó en un horno tipo mufla de marca Nabertherm y las laminaciones en caliente se realizaron en un laminador reversible T.J Pigott-Engineers MOD 6559102. Después de este tratamiento se realizó una segunda laminación a 950°C a una velocidad de calentamiento de 350°C/h y enfriamiento en horno apagado. El procedimiento que se utilizó para preparación de muestras fue el mismo que para la primera laminación en caliente. El porcentaje de reducción obtenido de la primera laminación en caliente fue de 66.5%, obteniéndose un espesor de 3.3 mm. Para la segunda laminación en caliente el porcentaje de reducción fue 62%, obteniéndose un espesor de 1.3 mm. La **figura 3.6** muestra los ciclos de tratamiento termo-mecánico de laminación en caliente.

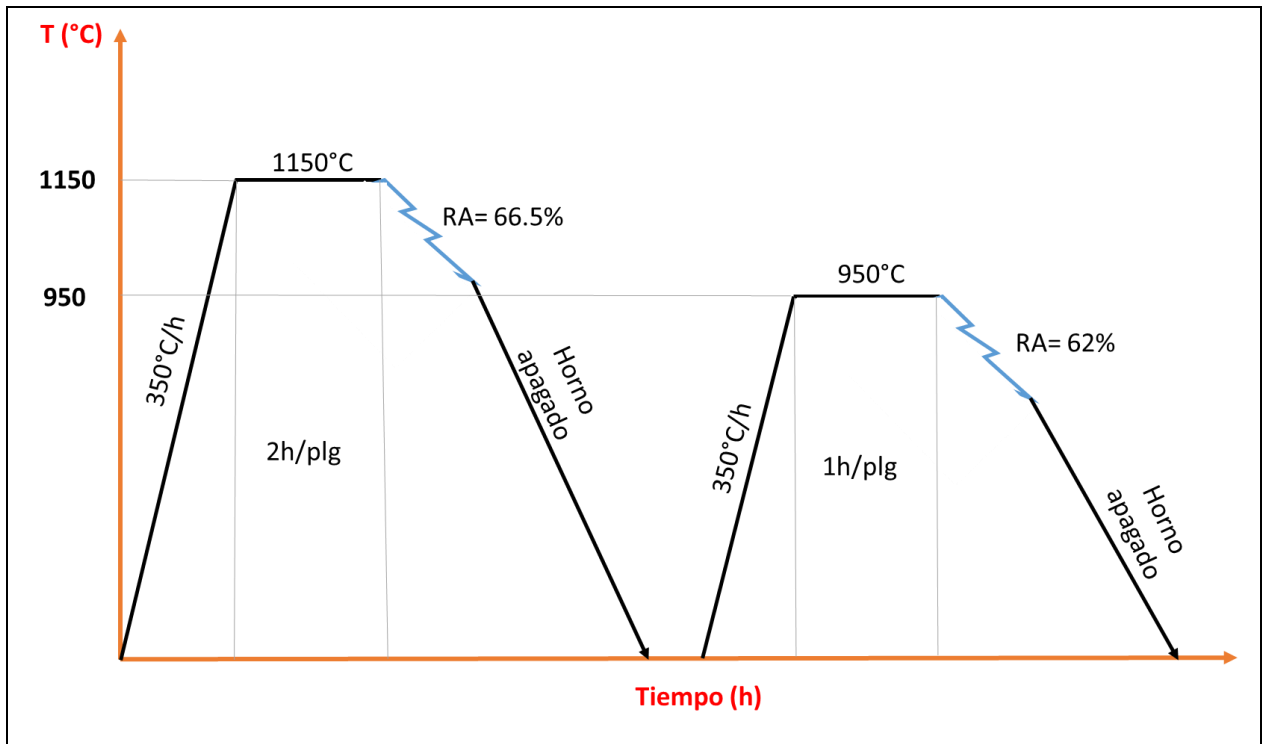


Figura 3.6. Ciclo de tratamiento de laminación en caliente.

En la **figura 3.7** se observa la laminación en caliente de aceros eléctricos al silicio de grano orientado.



Figura 3.7. Laminación en caliente de aceros eléctricos al silicio de grano orientado.



3.4.2 Laminación en frío

La laminación en frío es un proceso de deformación que propicia el aumento en la dureza en el material debido a la formación de subestructuras y dislocaciones. Este tratamiento se realizó después de la segunda laminación en caliente en un laminador reversible T.J Pigott-Engineers MOD 6559102 a temperatura ambiente. A partir de la segunda laminación en caliente se llevaron a cabo dos rutas diferentes de acondicionamiento microestructural, las cuales se denominaron como R1 y R2.

- R1: Consistió en hacer dos laminaciones en frío, la primera con un porcentaje de reducción de 47.7%, obteniéndose un espesor de 0.68 mm. Posteriormente se realizó una segunda laminación en frío con un porcentaje de reducción de 33.83%, con espesor final de 0.45 mm. Después de estas laminaciones se continuó con el tratamiento de recristalización primaria y secundaria. Este ciclo se puede observar en **la figura 3.8**.
- R2: Esta ruta consiste en una laminación en frío intermedia entre la recristalización primaria y secundaria. La primera laminación en frío se llevó a cabo después de la primera laminación en caliente con un porcentaje de reducción de 47.7%, obteniéndose un espesor de 0.68 mm, posteriormente se realizó el tratamiento de recristalización primaria y se continuó con la segunda laminación en frío con un porcentaje de reducción de 33.83%, hasta lograr un espesor de 0.45 mm. Finalmente se realizó el tratamiento de recristalización secundaria. En **la figura 3.9** se puede observar el ciclo de tratamiento de la ruta 2.

3.4.3 Tratamiento térmico de recocido de recristalización primaria

Un pre-requisito para realizar este tratamiento es la deformación plástica en frío, pues de esta depende el resultado de la microestructura del tratamiento térmico de recocido de recristalización estática. En este tratamiento se generan granos a partir de los ya existentes ocasionando que el tamaño de grano se vuelva más fino.

Este tratamiento se llevó a cabo en un horno tipo mufla RHF 1500 CARBOLITE. En este tratamiento se recubrieron las muestras con pintura de zirconia para protegerlas de la oxidación. Este tratamiento de recocido de recristalización primaria se realizó a 830°C, con una permanencia de 4 minutos a una temperatura de calentamiento de 350°C/h, y enfriamiento en agua. Ambas rutas



siguieron este ciclo de recocido de recristalización primaria. En las figuras 3.8 y 3.9 se observa el ciclo tratamiento para las diferentes rutas (R1 y R2).

3.4.4 Tratamiento térmico de recocido de recristalización secundaria

El objetivo de este tratamiento térmico es desarrollar el grano Goss para que en toda la microestructura se tengan granos de orientación cristalográfica preferencial. El tratamiento de segunda recristalización se realizó en el horno tipo mufla de marca Nabertherm a 1200°C, con una velocidad de calentamiento de 350°C/h, con una permanencia de 3.5 horas, posteriormente un enfriamiento en agua. Antes de hacer el tratamiento se fabricaron pequeñas cajas de lámina de metal de 2 mm de espesor para proteger las muestras de la oxidación. Las dimensiones de dichas cajas fueron: 60 mm de largo x 55 mm de espesor x 5 mm de alto. Tanto las muestras como las cajas fueron recubiertas con pintura de zirconia. Este tratamiento fue el mismo para R1 y R2. En las figuras 3.8 y 3.9 se observa el ciclo de tratamiento de R1 y R2.

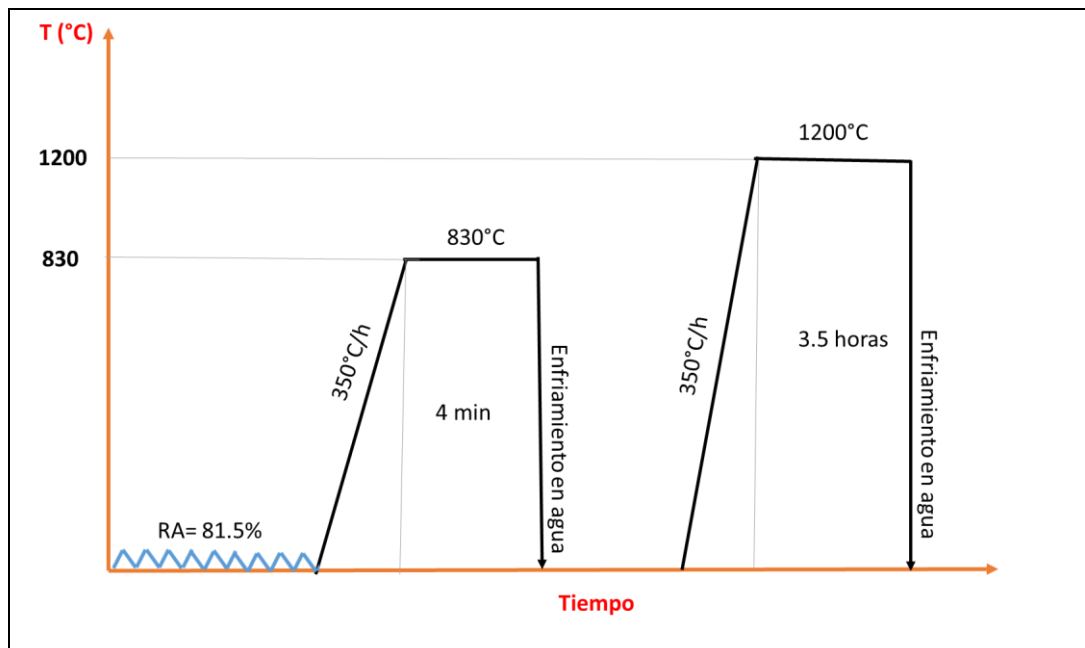


Figura 3.8. Ciclo de tratamiento térmico de recristalización primaria y secundaria R1.

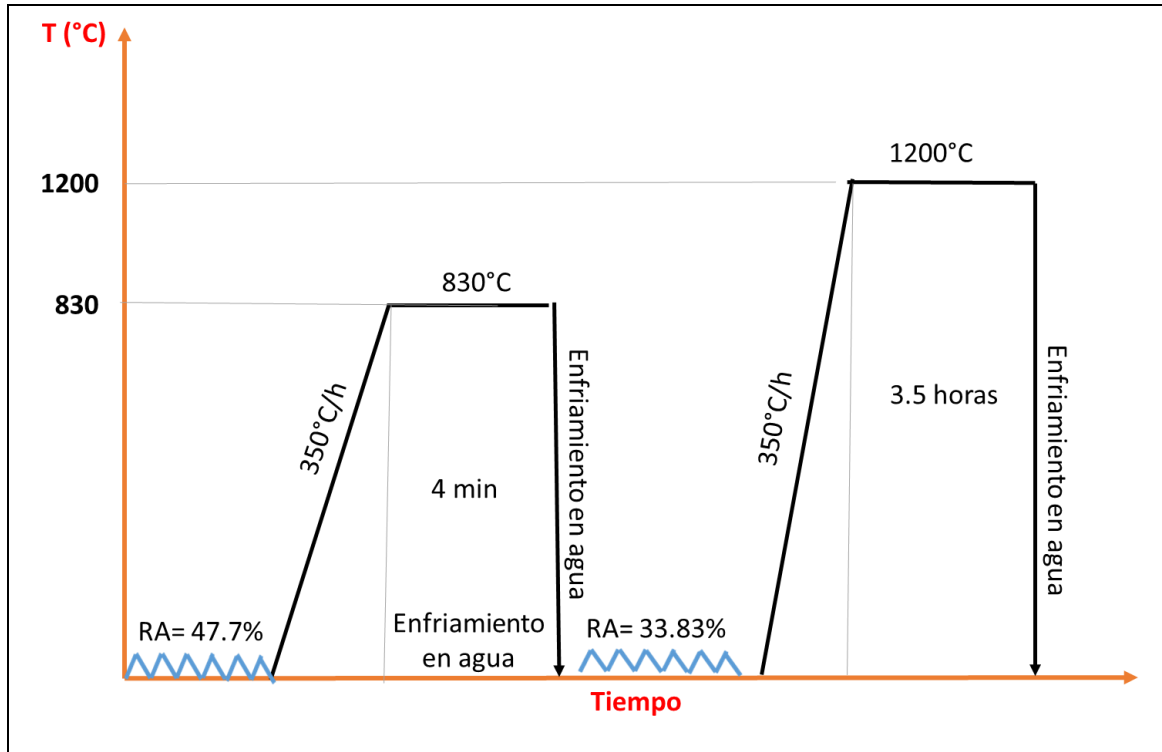


Figura 3.9. Ciclo de tratamiento térmico de recristalización primaria y secundaria R2.

3.5 Caracterización metalográfica

3.5.1 Preparación de muestras

Para la preparación metalográfica de aceros al silicio de grano orientado se siguieron los siguientes pasos:

1. Se cortaron secciones del material con dimensiones de 10 mm x 10 mm. Posteriormente se rectificó en la rectificadora de marca EQUIPTOP modelo ESG-3A818 del Taller de Máquinas y Herramientas del IIMM-UMSNH.
2. Con el fin de remover el material no deseado que se encuentra en la superficie de la muestra, cada muestra se desbastó con lijas de SiC, desde lija burda de granulometría 600 hasta llegar a la lija más fina de granulometría 2000, lubricando con agua.
3. Después del desbaste con lija las muestras se sometieron a un pulido para dar el acabado espejo, con paños de la marca LECO y pastas de diamante de 9, 6, 3, 1 y 0.1 micras. Para



cada paño se utilizó una pasta de diamante con tamaño de partícula de 9, 6, 3, 1 y 0.1 micras, lubricando con lubricante de la marca LECO diluido con alcohol.

4. El reactivo químico que se utilizó para revelar la microestructura fue nital al 3%. Las muestras se sumergieron en nital durante un tiempo aproximado de 40 segundos para cada condición e inmediatamente se secaron con aire frío.

3.5.2 Microscopía óptica (LOM)

Después del ataque químico, las muestras se llevaron al microscopio óptico de luz de marca ZEISS, donde se tomaron imágenes a 5X, 10X, 20X, 50X y 100X, las cuales posteriormente fueron analizadas para determinar la microestructura, las fases presentes, morfología de los granos y tamaño de grano promedio.

3.5.3 Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS)

Las muestras fueron analizadas mediante microscopía electrónica de barrido en el equipo JEOL modelo JMS-6400 y FEG-SEM 7600F del IIMM-UMSNH. Se identificaron las fases presentes y morfología de los granos, se realizaron análisis químicos puntuales en la matriz, límite de grano y en algunas partículas. También se realizaron mapeos químicos elementales de partículas complejas y se analizaron algunos precipitados como AlN, MnS y Ti (C, N) entre otros.

3.6 Caracterización por difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

Mediante esta técnica se determinaron las componentes de textura de los aceros al silicio de grano orientado. La preparación de muestras para la caracterización por EBSD se llevó a cabo de acuerdo a los siguientes pasos:

- Se cortaron muestras de dimensiones menores de 9 mm de largo x 9 mm de ancho x 9 mm de espesor.
- Posteriormente estas muestras se desbastaron con lijas de SiC que fueron desde la granulometría de 400 a 2000, lubricando con agua y limpiando la muestra con alcohol y aire frío.



5. Después se realizó un pulido con pastas de diamante de 9 hasta 0.1 micras, lubricando con lubricante de la marca LECO diluido con alcohol, hasta lograr el pulido espejo. Las muestras se limpiaron con alcohol y aire frío.
- Finalmente se realizó un pulido extra fino con silica coloidal de tamaño de partícula de 40 nm por 20 minutos, lubricando con agua destilada. La limpieza de las muestras fue con agua destilada y aire frío.

Estos ensayos se realizaron en un microscopio electrónico de barrido FEG-SEM 7600 con detector EBSD \bar{e} Flash HD. Las condiciones de trabajo para realizar los ensayos de EBSD se resumen en la **tabla 3.3**.

Tabla 3.3. Condiciones de trabajo para ensayos de EBSD.

Condición	Valor
Resolución	1080000 pixel
Tamaño de mapa	163900 μm^2
Tiempo de operación	2:08 h
Tiempo de exposición	7 ms
Voltaje	15 kV
Inclinación de detector	4.35°

Para el análisis de datos por EBSD se utilizó el programa Bruker Sprit 2.1. Mediante este programa se pudieron construir los mapas de orientación, análisis de texturas, mapa de fases, mapa de Euler, análisis del tamaño de grano y desorientación.

Para conocer las componentes de textura se necesitó de una serie de ecuaciones que permite transformar los ángulos de Euler establecidos en las funciones de densidad de orientación ODF a índices de Miller. Estas ecuaciones permiten conocer los planos y direcciones cristalográficas de las componentes de textura de mayor intensidad, donde existe una orientación preferencial. Estas ecuaciones se muestran en la **tabla 3.4**.



Tabla 3.4. Relaciones de conversión de ángulos de Euler a índices de Miller [40].

Planos	Direcciones
$h = \text{sen}\varphi_1 * \text{sen}\varphi_2 \dots (1)$	$u = \text{cos}\varphi_1 * \text{cos}\varphi_2 - \text{sen}\varphi_1 * \text{sen}\varphi_2 * \text{cos}\varphi \dots (4)$
$k = \text{sen}\varphi_1 * \text{cos}\varphi_2 \dots (2)$	$v = -\text{cos}\varphi_1 * \text{sen}\varphi_2 - \text{sen}\varphi_1 * \text{cos}\varphi_2 * \text{cos}\varphi \dots (5)$
$l = \text{cos}\varphi_1 \dots (3)$	$w = \text{sen}\varphi_1 * \text{sen}\varphi \dots (6)$

3.7 Caracterización estructural

3.7.1 Difracción de rayos-X (DRX)

La caracterización estructural se realizó por medio de difracción de rayos-X, usando un difractómetro modelo D8 Advance Bruker del IIMM-UMSNH con el objetivo de identificar las fases presentes en los aceros al silicio de grano orientado. La preparación de muestras para realizar el ensayo consistió de un desbaste con lijas de SiC desde granulometría 800 hasta 2000 y posteriormente un pulido con pasta de diamante de 9 y 6 μm . Las condiciones en las cuales se llevaron a cabo los ensayos de difracción de rayos-X de los aceros, consistieron de un incremento de 0.03° de 2θ y un tiempo por paso de 3 segundos, utilizando la radiación de cobre α . Las muestras se corrieron en el ángulo de difracción 2θ de 40° a 120° . Para el análisis de fases e identificación de planos del acero de referencia y el microaleado con Ti/B se usaron las tarjetas de difracción que se muestran en la **tabla 3.5**.

Tabla 3.5. Tarjetas de difracción para identificación de fases obtenidas mediante Copyright © Bruker AXS 2009-2018 v7.3.1.

Fe-Si	Fe-Si-Ti-B
03-065-6323	04-016-6266
00-003-0401	01-081-9116
01-081-9116	00-047-0718



3.8 Caracterización mecánica

3.8.1 Microdureza Vickers

La caracterización mecánica constó de hacer ensayos de microdureza Vickers. La cual consiste en un indentador de diamante de forma piramidal de ángulo de 136° , que realiza pequeñas huellas sobre la superficie de la muestra. Las diagonales de estas huellas son medidas y con esto se obtiene el valor de dureza. Se utilizó un equipo Wilson Hardness Tukon 1102 para la caracterización mecánica. La carga utilizada para el ensayo de las muestras fue de 1kg, donde se realizaron 25 indentaciones por muestra, con un tiempo de 15 s por indentación. La distancia entre huellas fue de $2\frac{1}{2}$ d de huella. Se reportó el valor promedio con su desviación estándar correspondiente. Los ensayos se realizaron bajo la norma E384 de ASTM [41].

3.9 Caracterización de propiedades eléctricas

3.9.1 Potencial termoeléctrico

La técnica de potencial termoeléctrico es un ensayo no destructivo que se basa en el efecto Seebeck. Mediante esta técnica se puede monitorear el potencial termoeléctrico en materiales metálicos conductores afectados por los diferentes tipos de defectos en la red atómica como son los átomos en solución sólida, precipitados y dislocaciones [42]. La **figura 3.10** [43] muestra un diagrama esquemático del efecto Seebeck donde se observa como los electrones viajan de una región caliente de alta energía hacia una región fría de baja energía, existiendo un flujo de electrones que va dejando iones metálicos positivos en la región caliente y acumulación de electrones en la región fría. Lo cual forma un voltaje entre la región caliente y fría, donde el potencial es positivo en la región caliente. El diferencial de potencial debido a la diferencia de temperatura es llamado efecto Seebeck [44].

Debido a que el ensayo de potencial termoeléctrico tiene una penetración de seis veces el radio de la punta, la penetración del ensayo fue de 4.5 mm. Por esta razón fue necesario seleccionar las muestras de mayor espesor para que la penetración del potencial no sobrepasará el espesor de la muestra y causará alguna alteración en el resultado. Las muestras analizadas fueron las siguientes: Condición de solidificación con espesor de 9 mm y condición de primera laminación en caliente (LAM C1), con espesor de 6 mm. La preparación de muestras consistió en hacer un rectificado



para asegurar caras paralelas y posteriormente se realizó un desbaste con lijas de SiC de 800 a 1200. El equipo utilizado fue un Thermo-Sorter Walker Scientific Inc, del Laboratorio de Ensayos no Destructivos del IIMM-UMSNH (**figura 3.11**). Se utilizó el método de dos puntas, las cuales fueron de cobre y oro. La punta de cobre se trabajó a temperatura ambiente, mientras que la de oro fue a 50°C. Se realizaron 50 mediciones por muestra y se promediaron los valores. Se realizó un ajuste lineal con los valores medidos de potencial termoeléctrico relativo, así como el coeficiente de correlación. Se utilizó la ecuación de la recta (**ecuación 7**), donde se despejó el potencial absoluto “x” ($\mu\text{V}/^\circ\text{C}$), y de acuerdo a las lecturas de potencial “y” (μV) se sustituyeron los valores.

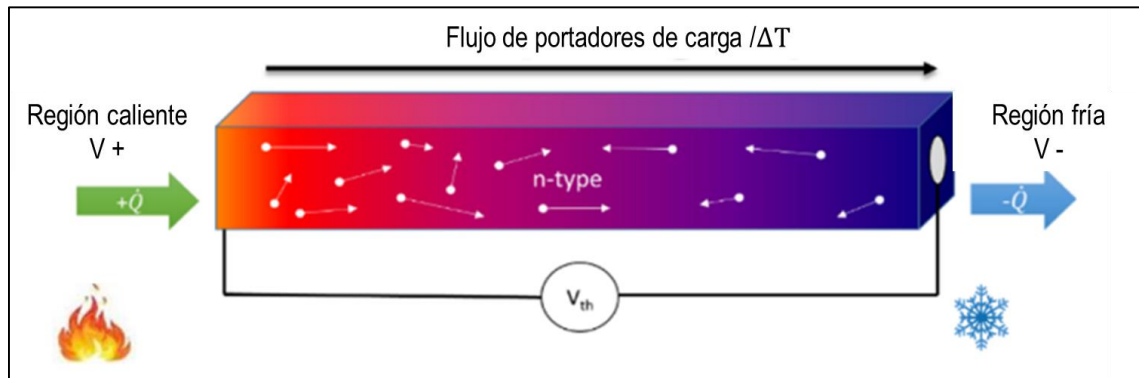


Figura 3.10. Diagrama esquemático del efecto Seebeck [42].



Figura 3.11. Equipo de potencial termoeléctrico.

$$y = -13.78x + 40.735 \dots \dots \dots (7) [44]$$



3.9.2 Medición de resistividad eléctrica por el método de cuatro puntas

El método de cuatro puntas o método de Kelvin permite conocer la resistividad de cualquier material semiconductor y conductor, ya sea en películas delgadas o gruesas, con mediciones de impedancia eléctrica utilizando un voltímetro y un amperímetro para mediciones más exactas de resistencia. La configuración de la sonda consta de cuatro puntas metálicas de tungsteno con un espaciado igual de 1 mm. Se utiliza una corriente de alta impedancia para suministrar corriente a través de las sondas externas, y un voltímetro mide el voltaje a través de las sondas internas para determinar la resistividad de la muestra (**figura 3.12 b**) [45]. El equipo que se usó para este ensayo fue un 2450 SourceMeter® del Instituto de Materiales de UNAM campus Morelia. La **figura 3.12** muestra el equipo utilizado y el arreglo de las cuatro puntas.

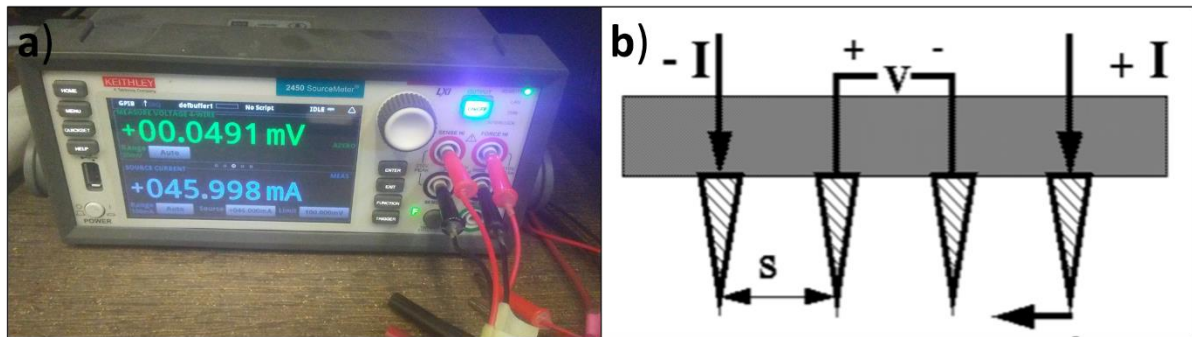


Figura 3.12. a) Equipo de medición de resistividad eléctrica, b) Arreglo de cuatro puntas.

La preparación de muestras consistió en desbastar con lijas de SiC desde granulometría 400 hasta 1500, para eliminar los óxidos de la superficie. Las condiciones analizadas en ambos aceros fueron: TTRC1 R2, TTRC2 R1, TTRC2 R2. La **ecuación 8** se utilizó para determinar la resistividad eléctrica.

$$\rho = \frac{\pi t}{\ln 2} \left(\frac{V}{I} \right) \dots \dots \dots (8)[45]$$

donde: t= espesor de la muestra, I=intensidad de corriente, V= voltaje. La relación (V/I) es igual a la resistencia que ofrece el material ante el paso de corriente.



La **tabla 3.6** muestra los parámetros utilizados para realizar los ensayos de resistividad eléctrica.

Tabla 3.6. Parámetros de ensayos de resistividad eléctrica.

Parámetro	Valor
Voltaje límite (V)	0.1
Corriente inicial (mA)	0
Corriente final (mA)	500
Incremento (mA)	1
Tiempo de espera (s)	1



CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Composición química de aceros eléctricos

La composición química de los aceros eléctricos al silicio de grano orientado de referencia y microaleado con Ti/B se muestra en la **tabla 4.1**. Primeramente, se consideró que el porcentaje de silicio de los aceros eléctricos de grano orientado fuera de 3.5%, pero para asegurar que no hubiera pérdidas durante la fusión se incrementó el contenido de silicio durante el balance de carga, lo cual se ve reflejado en la composición química de los aceros, ya que no hubo pérdidas del silicio durante la fusión.

Tabla 4.1. Composición química de aceros eléctricos al silicio de grano orientado (% en peso).

Acero eléctrico	C	Si	Mn	Al	Cu	P	S	Ti	B	N	Fe
Fe-3.7Si	0.015	3.7	0.1	0.0052	0.0059	0.015	0.002	-----	-----	< 0.002	Bal
Fe-3.7Si- 0.06Ti- 0.003B	0.015	3.7	0.1	0.0052	0.0059	-----	-----	0.06	0.003	< 0.002	Bal

4.2 Resultados JMatPro ® v 9.1.2

4.2.1 Diagramas de equilibrio

La figura **4.1 a)** muestra el diagrama de equilibrio de fases del acero Fe-Si calculado mediante JmatPro ® v 9.1.2. Partiendo desde la zona totalmente líquida a 1500°C el primer sólido en formarse es la ferrita- α , la cual es la fase predominante según el diagrama, pues se forma desde el estado líquido a 1480°C y se mantiene hasta el estado sólido a bajas temperaturas. La **figura 4.1 b)** muestra un acercamiento del mismo diagrama, donde se pueden observar la presencia de otras fases en menor porcentaje. Después de la formación de la ferrita, se forman MnS a una temperatura aproximada de 1300°C, y prevalece hasta temperatura ambiente. Justo cuando se estabiliza el MnS



aparece el AlN a una temperatura de 1050°C, y se mantiene hasta temperatura ambiente. Conforme la temperatura va disminuyendo existe la formación de algunas fases y compuestos como lo son; Cu, Fe₃B. La **figura 4.1 c)** muestra el diagrama de fases en equilibrio del acero microaleado con Ti/B. La fase totalmente líquida se presenta a 1500°C y a partir de ésta la primera fase en formarse es la ferrita- α a 1480°C. Al igual que en el acero de referencia la fase ferrita es la predominante. En la **figura 4.1 c)** se observa un acercamiento del diagrama de fases en equilibrio del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. Inmediatamente después de formarse la ferrita la segunda fase en formarse es un nitruro metálico, cuya naturaleza es TiN el cual a 1110°C se descompone para formar Ti (C, N), el cual prevalece hasta temperatura ambiente. El tercer sólido en formarse es un compuesto complejo de titanio cuya naturaleza es Ti₄C₂S₂, que permanece hasta temperatura ambiente. A 1250°C se forma un compuesto complejo de boro TiB₂C₃₂ que persiste hasta temperatura ambiente. En menores porcentajes también se encuentran MnS, AlN, Cu.

En el estudio del diagrama en equilibrio Fe-Si de Ohnuma y colaboradores [24] reportan que a porcentajes menores del 10% de Si, la fase dominante es la ferrita, y solo una pequeña región es fase austenita. De acuerdo al diagrama de Ohnuma y colaboradores, para la composición 3.7% Si de los aceros bajo estudio, la fase invariante del sistema es la ferrita. En la **figura 4.1** se observa el diagrama de equilibrio determinado mediante JMatPro® v 9.1.2, donde se observan todas las fases que pueden formarse con tiempos extremadamente altos (velocidades de enfriamiento extremadamente bajas). Sin embargo, a temperaturas bajas es improbable la formación de todas las fases previstas en estos diagramas, debido a que existe poca difusión y la cinética de precipitación se ve afectada por el tiempo y temperatura.

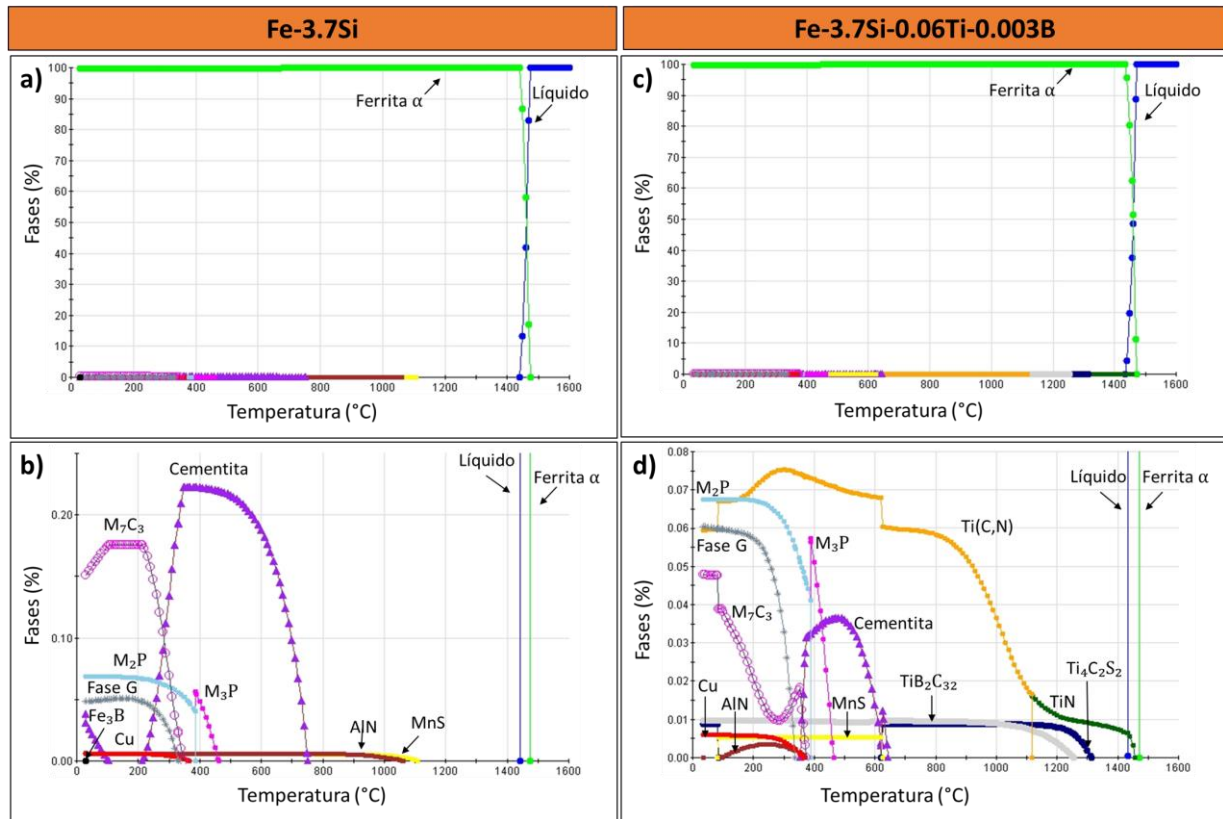


Figura 4.1. Diagramas de fases en equilibrio calculados mediante JMatPro® v 9.1.2. a-c) 0-100%, b) 0-0.30%, d) 0-0.08%

4.2.2 Diagramas metaestables

Bajo condiciones de enfriamiento sumamente rápidas el acero de referencia solo muestra 3 fases presentes. Siendo la ferrita la que predomina desde el estado líquido a altas temperaturas, hasta temperatura ambiente. Las otras dos fases presentes en este sistema son MnS y AlN. La **figura 4.2 a)** muestra el diagrama metaestable del acero Fe-3.7Si. La **figura 4.2 b)** muestra el diagrama metaestable del acero Fe-Si a bajos porcentajes. Se observa que MnS y AlN se presentan en porcentajes menores del 0.01%. Estos se forman a altas temperaturas de 1100 y 1050° C respectivamente, por lo que es difícil su disolución ya que se encuentran presentes hasta temperatura ambiente.

La **figura 4.2 c)** muestra el diagrama metaestable del acero microaleado con Ti/B. El diagrama muestra las fases presentes bajo enfriamientos muy rápidos. Estas fases son ferrita, TiN, Ti₄C₂S₂, TiB₂C₃₂ y Ti (C, N). La **figura 4.2 d)** muestra en menores porcentajes la cantidad de fase presente



para este sistema. El TiN presenta la misma evolución que en el diagrama de equilibrio de fases, pues éste se forma al mismo tiempo que la ferrita y se descompone para formar Ti (C, N). A 1300°C se forman precipitados metálicos de boro y posteriormente precipitados de titanio. Estas fases se forman desde altas temperaturas hasta temperatura ambiente.

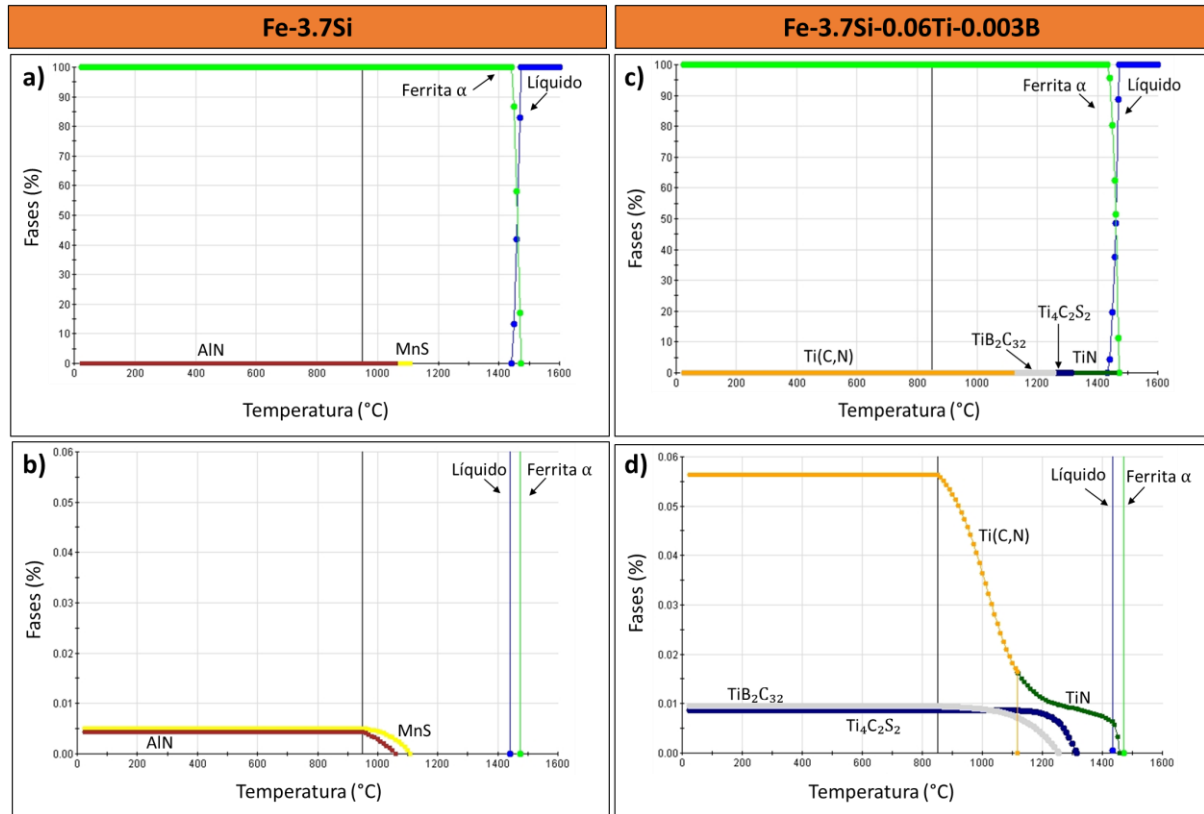


Figura 4.2. Diagramas de fases metaestables calculados mediante JMatPro ® v 9.1.2. a-c) 0-100%, b-d) 0-0.06%.

4.2.3 Diagramas de propiedades eléctricas y magnéticas

La **figura 4.3** muestra las principales propiedades eléctricas y magnéticas del acero Fe-3.7Si. La **figura 4.4 a)** muestra la conductividad eléctrica de cada una de las fases y compuestos presentes en el acero, así como el total, en función de la temperatura. La ferrita tiene una mayor conductividad eléctrica que el MnS, debido a que la ferrita es de naturaleza metálica, mientras que el MnS no es metálico. El gráfico de resistividad eléctrica se observa en la **figura 4.3 b)**, donde de manera individual cada fase y compuesto del sistema Fe-3.7Si presentan valores característicos de



resistividad. A bajas temperaturas es más alta la resistividad en MnS que en la ferrita. Esto se debe a que el MnS no es conductor. También se muestra la resistividad eléctrica total, la cual se comporta de manera similar a la ferrita. La permeabilidad magnética en función del campo magnético se observa en la **figura 4.3 c)**, cuando se tiene una permeabilidad magnética alta, el campo magnético es bajo.

La **figura 4.3** también muestra algunas propiedades eléctricas y magnéticas del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. La **figura 4.3 d)** muestra el gráfico de la conductividad eléctrica en función de la temperatura. A bajas temperaturas existe una mayor conductividad eléctrica, conforme la temperatura se eleva la conductividad decae. El MB₂C₃₂ a bajas temperaturas presenta mayor conductividad que la ferrita, MN y M (C, N). Comparando con los resultados de conductividad eléctrica total del acero de referencia y el acero microaleado con Ti/B, estos valores son muy similares. La resistividad eléctrica se observa en la **figura 4.3 e)**, cuando la temperatura se eleva la resistividad eléctrica aumenta y a bajas temperaturas el MB₂C₃₂ presentan poca resistividad eléctrica. Comparando estos resultados con los del acero Fe-3.7Si, su comportamiento es similar. La única diferencia es la cantidad de fases secundarias que modifican las propiedades. La **figura 4.3 f)** presenta el gráfico de permeabilidad en función del campo magnético. Se observa que los resultados de permeabilidad del acero de referencia y el acero microaleado con Ti/B no presentan cambios significativos, siendo su comportamiento muy similar.

La resistividad eléctrica es inversamente proporcional a la conductividad eléctrica, lo cual se muestra en los gráficos de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B de las **figuras 4.3 a, d) y 4.3 b, e)**.

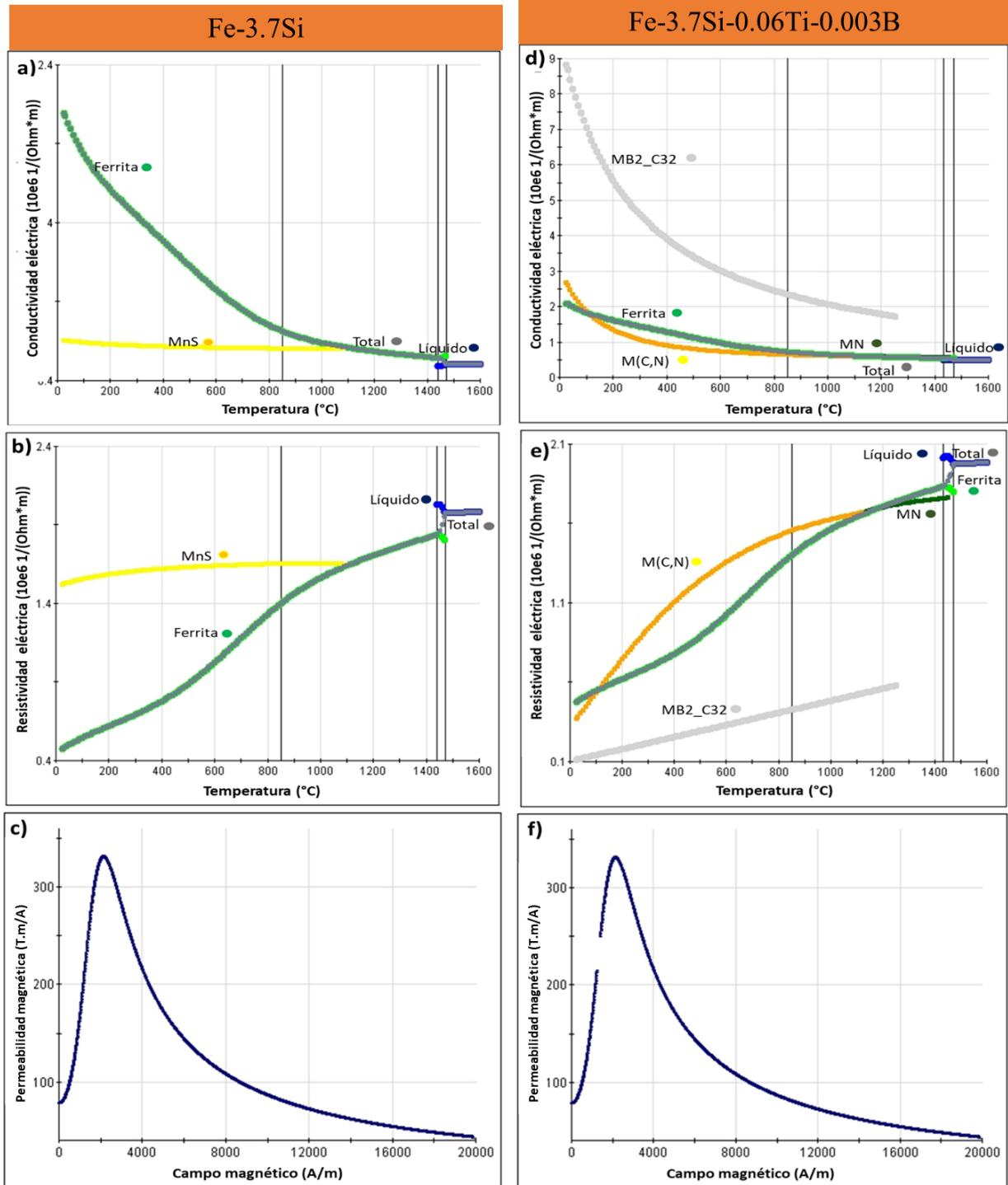


Figura 4.3. Diagramas de propiedades eléctricas y magnéticas calculados mediante JMatPro ® v 9.1.2. a-d) Conductividad eléctrica, b-e) Resistividad eléctrica, c-f) Permeabilidad magnética.



4.2.4 Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas de los aceros eléctricos al silicio

La **tabla 4.2** muestra de manera resumida las propiedades físicas, térmicas y termodinámicas a temperatura ambiente de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B, calculadas por el programa JMatPro® v 9.1.2. Se observa que los valores son muy similares entre ambos aceros, lo que quiere decir que los elementos microaleantes no afectan significativamente estas propiedades. La densidad de estos aceros es muy similar a la densidad de aceros comerciales como el CARLITE M-5/125 y el TRAN-CORE H-2 CARLITE DR [17-19].

Tabla 4.2. Propiedades físicas, térmicas y termodinámicas a temperatura ambiente calculadas con JMatPro® v, 1.2.

Propiedades físicas	Valor	
	Fe-3.7Si	Fe-3.7-0.06Ti-0.003B
Módulo de Young (GPa)	190	195
Módulo volumétrico (GPa)	150	155
Módulo de Poisson	0.29	0.30
Módulo de corte (GPa)	75	75
Densidad (g/cm ³)	7.65	7.65
Propiedades térmicas	Valor	
	Fe-3.7Si	Fe-3.7-0.06Ti-0.003B
Conductividad térmica (W/ mK)	20	21
Coeficiente de expansión promedio (1/K)	13.5e-6	13.5e-6
Propiedades termodinámicas	Valor	
	Fe-3.7Si	Fe-3.7-0.06Ti-0.003B
Entalpía (J/g)	-185	-190
Entropía (J/gk)	0.5	0.5
Energía libre de Gibbs (J/g)	-310	-320
Capacidad calorífica (J/gK)	0.5	0.5



4.3 Microscopía óptica de luz (LOM)

4.3.1 Identificación de fases

La **figura 4.4** muestra la evolución microestructural del acero Fe-3.7Si desde la condición de solidificación hasta la condición de los tratamientos de recristalización primaria y secundaria. La microestructura en condición de solidificación consistió en granos burdos de ferrita equiaxiales. También se observa la presencia de algunas partículas distribuidas tanto en límites de grano y por toda la matriz. En esta condición no se presentó una microestructura dendrítica debido al rápido enfriamiento de solidificación (**figura 4.4 a**). Después de la primera laminación en caliente a 1150° C se obtuvieron grandes granos alargados en dirección de laminación con presencia de granos finos recristalizados a lo largo de los límites de grano (estructuras de collar) lo que indica que la recristalización no fue completa, (**figura 4.4 b**). La **figura 4.4 c** muestra la microestructura del acero Fe-3.7Si de la segunda laminación en caliente a 950° C, donde se observa una microestructura de deformación que involucra granos burdos y granos recristalizados dinámicamente. La diferencia en microestructura es debido a los diferentes esfuerzos cortantes que actúan en el centro y las orillas del acero durante la laminación en caliente, y debido al gradiente de temperaturas [46, 47]. En las **figuras 4.4 d, e** se muestra las microestructuras del acero de referencia de la primera y segunda laminación en frío. Se observa que la microestructura presenta granos burdos, alargados y orientados en sentido laminación. En estas condiciones existe gran cantidad de energía almacenada necesaria para dar paso a la recristalización estática. En la **figura 4.4 f** presenta la microestructura de recristalización primaria de la ruta 1 (R1), donde se presentan granos equiaxiales finos, recristalizados estáticamente. La cantidad de deformación en frío fue favorable para tener la recristalización completa. La microestructura de la ruta 2 (R2) de recristalización primaria se ve en la **figura 4.4 g**, donde se tienen granos equiaxiales finos, para esta ruta la cantidad de deformación fue menor. Las microestructuras de recristalización secundaria se observan en las **figuras 4.4 h** y **4.4 i**, donde el grano tuvo un crecimiento considerable, el tamaño de grano no es homogéneo ya que se tienen granos bastante grandes, pero a su vez existe la presencia de granos cuyo crecimiento no fue tan considerable. La **figura 4.4 h** muestra la recristalización secundaria de la R1 y la **figura 4.4 i** de R2.

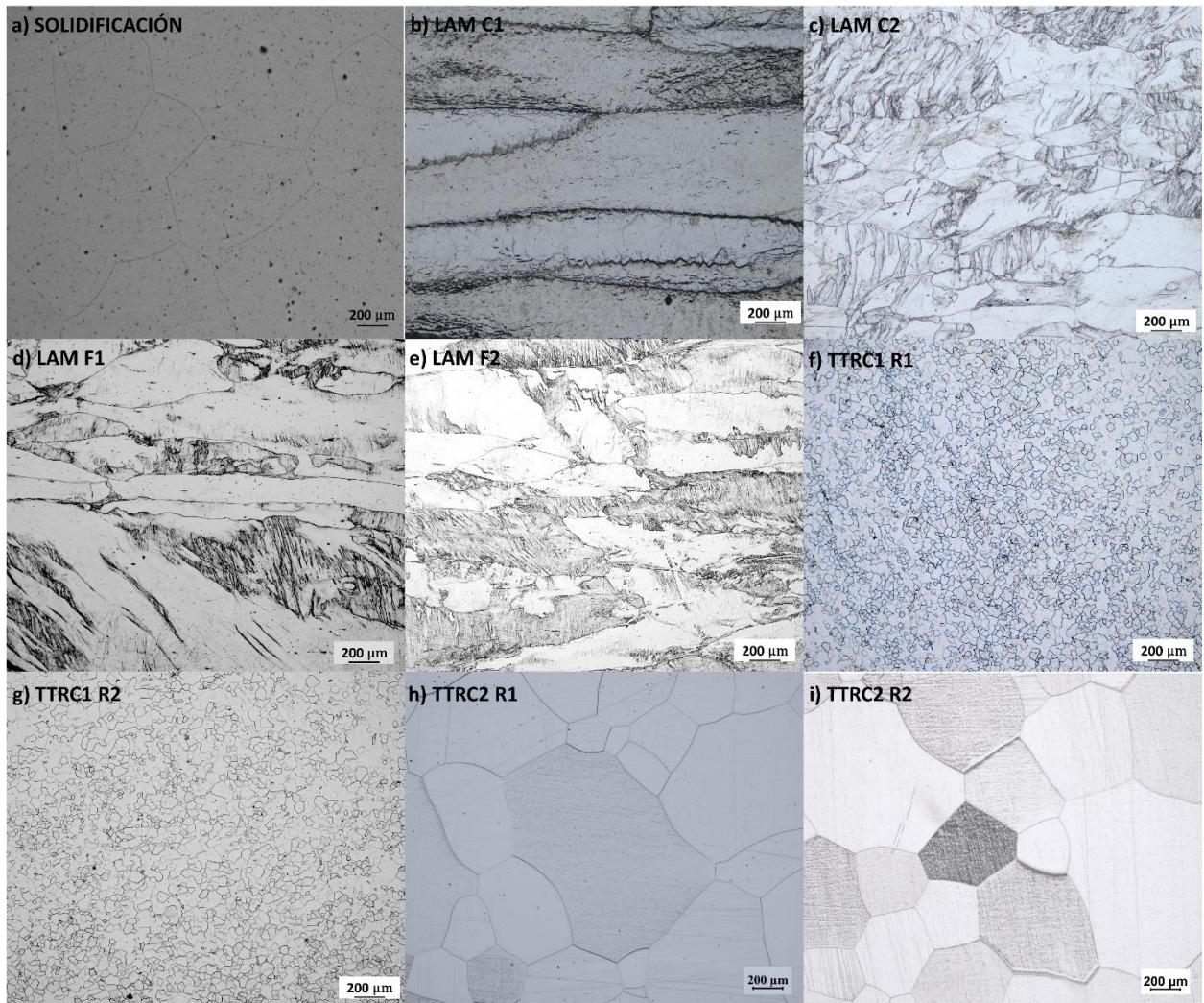


Figura 4.4. Evolución microestructural del acero Fe-3.7Si. a) Condición de solidificación. b) Primera laminación en caliente. c) Segunda laminación en caliente. d) Primera laminación en frío. e) Segunda laminación en frío. f) Recristalización primaria R1. g) Recristalización primaria R2. h) Recristalización secundaria R1. i) Recristalización secundaria R2.

La **figura 4.5** presenta la evolución microestructural desde la condición de solidificación hasta la condición de los tratamientos de recristalización primaria y secundaria del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. En condición de solidificación el acero presentó una microestructura de granos burdos equiaxiales de ferrita, (**figura 4.5 a**). Las **figuras 4.5 b**) y **4.5 c**) muestran la microestructura de laminación en caliente a 1150° C y 950° C, donde en la primera laminación se muestra una microestructura de grandes granos alargados en sentido de laminación, mientras en la segunda



laminación la microestructura fue de granos recristalizados dinámicamente. Las **figuras 4.5 d)** y **4.5 e)** presentan las microestructuras de las condiciones de primera y segunda laminación en frío. En estas microestructuras se aprecia el alto grado de acritud debido a la energía generada por la deformación aplicada. En las **figuras 4.5 f)** y **g)** se observa que se logró la recristalización primaria completa y un refinamiento de grano después de las laminaciones en caliente y frío. Las microestructuras de recristalización secundaria se observan en las **figuras h, i)**, se aprecia un crecimiento de grano no homogéneo, debido a la temperatura y tiempo de exposición del tratamiento. El efecto que tuvo el Ti/B como inhibidor al crecimiento de grano en las condiciones de solidificación, laminaciones en frío y caliente, y recristalización primaria no fue significativo con respecto al acero Fe-3.7Si. No obstante, en el tratamiento de recristalización secundaria este efecto se volvió más evidente, al presentar un tamaño de grano menor.

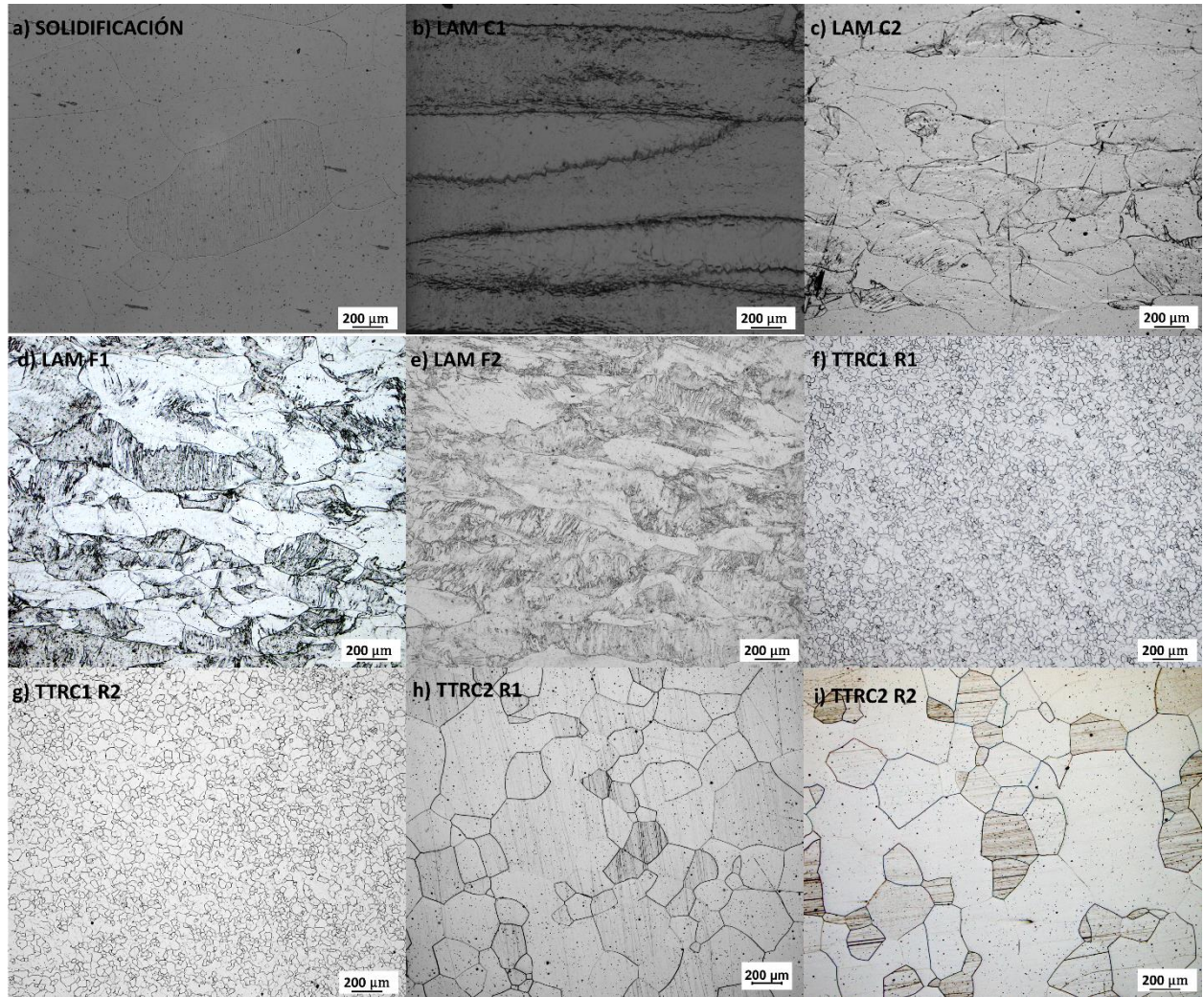


Figura 4.5. Evolución microestructural del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. a) Condición de solidificación. b) Primera laminación en caliente. c) Segunda laminación en caliente. d) Primera laminación en frío. e) Segunda laminación en frío. f) Recristalización primaria R1. g) Recristalización primaria R2. h) Recristalización secundaria R1. i) Recristalización secundaria R2

4.3.2 Tamaño de grano promedio

La **figura 4.6 a)** muestra de manera gráfica el tamaño de grano promedio del acero Fe-3.7Si en las condiciones de solidificación, laminación en caliente, laminación en frío, recristalización primaria y recristalización secundaria. El cambio en el tamaño de grano es claro, ya que en condición de solidificación se tenía un grano burdo de 768 μm , en cambio en el tratamiento de recristalización primaria se logró refinar el grano con un tamaño promedio de 30 μm . Para el tratamiento de



recristalización secundaria, el tamaño de grano promedio fue por debajo del promedio en condición de solidificación, con un tamaño de 500 μm . Esto último se le adjudica a que el tratamiento se realizó a altas temperaturas y tiempos de permanencia largos, provocando el crecimiento de grano.

El gráfico de tamaño de grano de las condiciones de solidificación, laminación en caliente, laminación en frío y recristalización primaria y recristalización secundaria del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.00B se observa en la **figura 4.6 b)**. El tamaño de grano promedio en las condiciones de solidificación y recristalización primaria del acero microaleado con Ti/B es menor, comparadas con del acero de referencia. Los valores de tamaño de grano del acero microaleado en las condiciones de solidificación y recristalización primaria son 678 μm y 26 μm , mientras que los valores del acero de referencia son 768 μm y 31 μm . En la condición de recristalización secundaria de la ruta 1, la diferencia del valor de tamaño de grano promedio entre el acero de referencia y el acero microaleado con Ti/B es más de 150 μm , siendo los granos más finos los del acero microaleado, con valores de 491 μm para el acero de referencia y 301 μm para el acero microaleado. Bajo estos criterios se puede señalar que los elementos microaleantes tuvieron un papel importante como inidores ante el crecimiento de grano durante la recristalización secundaria. Esto se corrobora con estudios de Nakayama y colaboradores [30] quienes demostraron que el efecto del Ti como inhibidor al crecimiento de tamaño de grano en aceros eléctricos con contenidos de titanio de 0.016, 0.042, 0.078 y 0.110 %. Por otra parte Kim y colaboradores [31] reportaron el refinamiento de grano en un acero eléctrico con cantidades de 530 ppm de boro, el cual tiende a segregarse en límites de grano causando que el crecimiento de grano sea frenado.

Cabe destacar que durante el tratamiento de recristalización secundaria el efecto de orientación cristalográfica preferencial se da en mayor proporción, en este caso de la textura Goss. De aquí la importancia de dicho tratamiento, en el que la velocidad de calentamiento, temperatura y tiempo de permanencia juegan un papel muy importante, pues con el tiempo y temperatura necesarios el grano tiene las condiciones idóneas para ir rotando en la dirección Goss. Song y colaboradores [26] reportan que durante la recristalización primaria se da el fenómeno de inicio de nucleación de granos Goss, la cual está relacionada con la baja energía que poseen. Sin embargo, no toda la microestructura en esta condición está compuesta por granos Goss. Durante el tratamiento de recristalización secundaria se propicia el crecimiento de grano y conforme van creciendo se alcanza la orientación Goss. Los granos de componentes distintas van creciendo y rotando hacia la



componente Goss. Como consecuencia, al final del tratamiento térmico de recocido se tiene un grano extremadamente burdo.

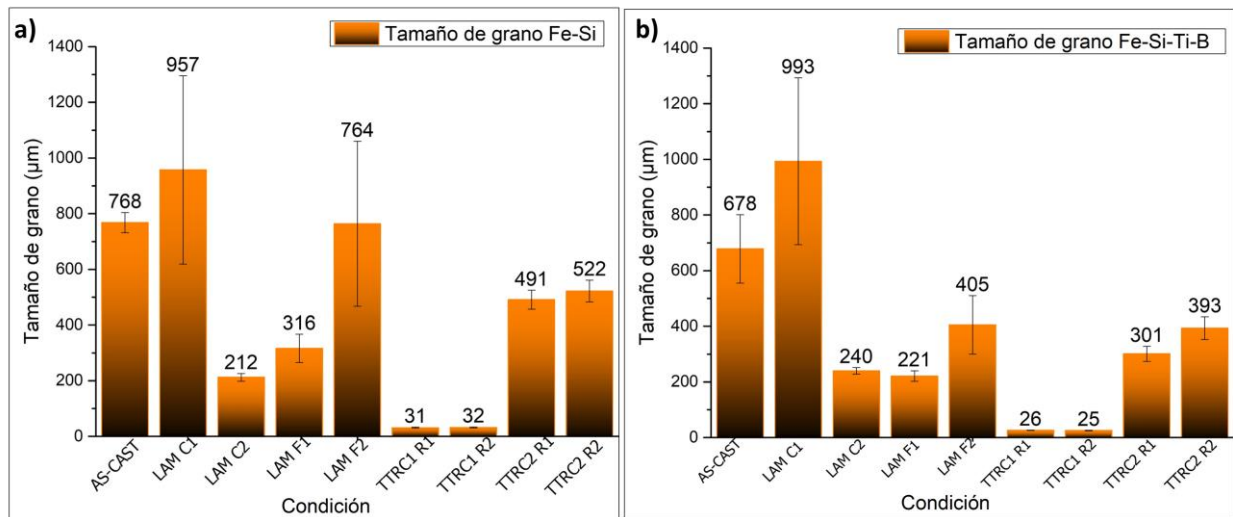


Figura 4.6. Gráfico de evolución de tamaño de grano promedio utilizando el método de intercepción lineal. a) acero Fe-3.7Si, b) acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.

4.4 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

4.4.1 Micrografías generales

La **figura 4.7** muestra algunas micrografías de SEM a diferentes aumentos de los aceros eléctricos al silicio bajo estudio. Las **figuras 4.7 a-d)** corresponden al acero Fe-3.7Si, mientras que las **figuras 4.7 e-h)** corresponden al acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. En las **figuras 4.7 a, e)** se observa la microestructura en condición de solidificación, donde se tienen grandes granos equiaxiales. Así se aprecia que en el acero de referencia (**figura 4.7 e)**) en condición de solidificación el tamaño de grano es menor, de alrededor de 670 μm, mientras que en el acero microaleado (**figura 4.7 a)**) en condición de solidificación el tamaño de grano promedio es de 760 μm. También existe mayor cantidad de partículas distribuidas en la matriz que en la **figura 4.7 a)**. En las **figuras 4.7 b, f)** se observa la microestructura de primera laminación en caliente donde se puede apreciar la formación de subestructuras que se encuentran alrededor de los límites de grano en dirección de laminación. También se observa recristalización dinámica discontinua, debido a la nucleación de nuevos granos a partir de los granos deformados a altas temperaturas. En las **figuras 4.7 c, g)** se tiene la



microestructura de tratamiento térmico de recocido de recristalización primaria de la ruta 1, donde se observa una microestructura de recristalización completa con granos equiaxiales. Así mismo se observan partículas precipitadas distribuidas por toda la matriz. El tamaño de grano promedio en esta condición para el acero Fe-3.7Si, (**figura 4.7 c**) fue de 31 μm , mientras que para el acero microaleado con Ti/ B, (**figura 4.7 g**) fue de 26 μm . En las **figuras 4.7 d, h** se aprecia la microestructura del tratamiento térmico de recocido de recristalización secundaria de la ruta 1, que dio lugar al crecimiento del grano debido a las altas temperaturas del tratamiento y al tiempo de permanencia considerablemente largo, cuyo objetivo fue favorecer la orientación Goss. La **figura 4.7 h** presenta la microestructura del acero microaleado con granos más finos que los del acero de referencia. Este hecho se adjudica a la presencia de precipitados de titanio y boro que segregaron en algunos límites de grano impidiendo el crecimiento de grano durante el tratamiento de recristalización secundaria.

Pan y colaboradores [48] estudiaron el efecto del tamaño de grano sobre la textura de recristalización de un acero eléctrico con 6.5% de silicio y 0.003% de boro. Reportaron que la microestructura en condición de solidificación consta de grandes granos columnares y granos equiaxiales, con tamaños mayores de 700 μm , mientras que después del tratamiento de recristalización primaria la microestructura fue de granos finos equiaxiales de 21 μm . Los valores de tamaño de grano reportados por Pan y colaboradores [48] son muy similares a los valores determinados en las condiciones de solidificación y recristalización primaria de los aceros bajo estudio, ya que en condición de solidificación se identificaron granos equiaxiales de tamaño mayor a 650 μm , y en condición de recristalización primaria se determinaron tamaños de grano menores de 35 μm .

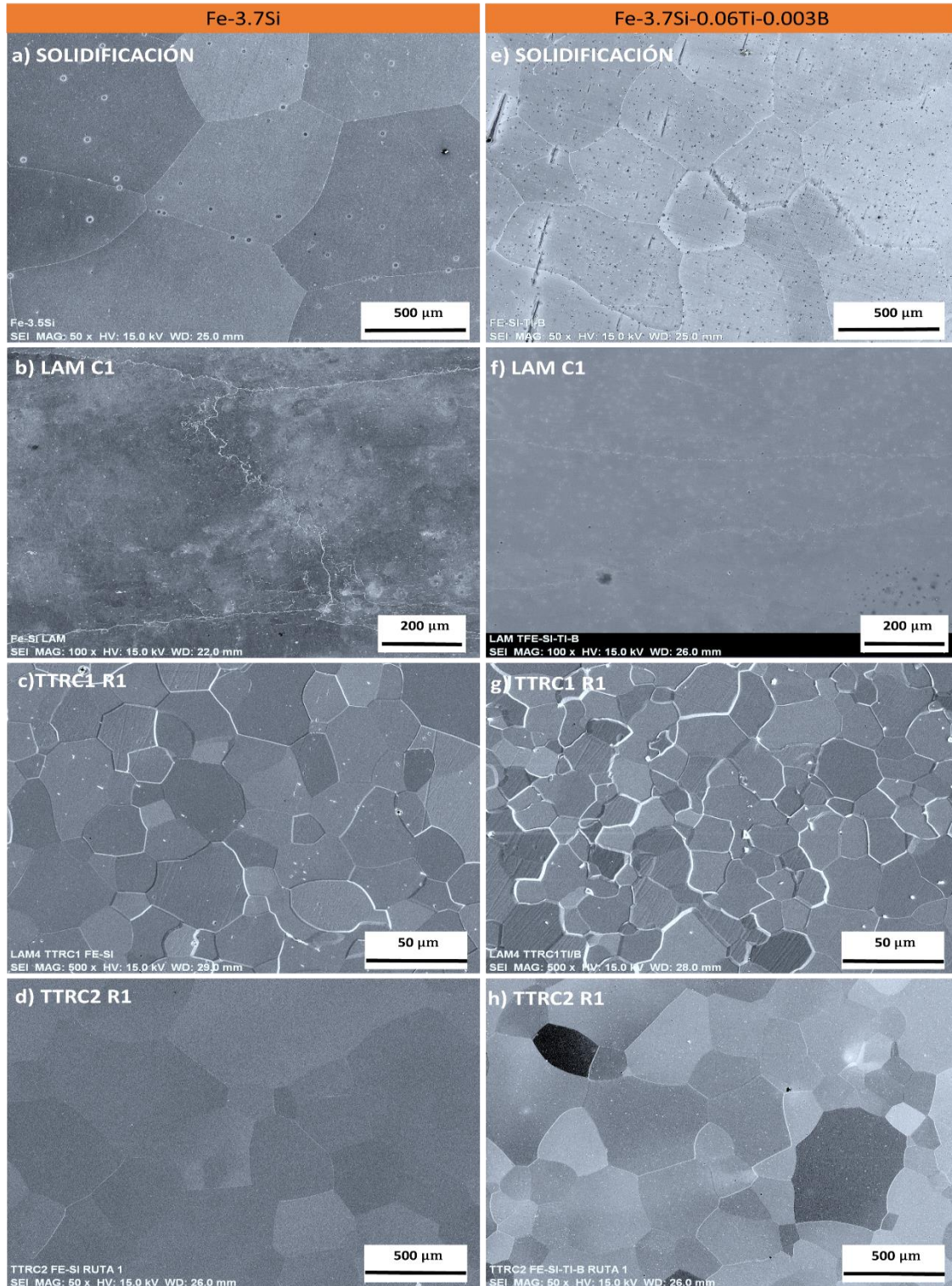


Figura 4.7. Imágenes de SEM de la evolución microestructural de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. a)-e) Condición de solidificación, b)-f) Primera laminación en frío, c)-g) Recristalización primaria ruta 1, d)-h) Recristalización secundaria ruta 1.



4.4.1.1 Análisis SEM-EDS

En la **figura 4.8** se muestra el análisis químico puntual realizado en la matriz y límite de grano de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de primera laminación en caliente.

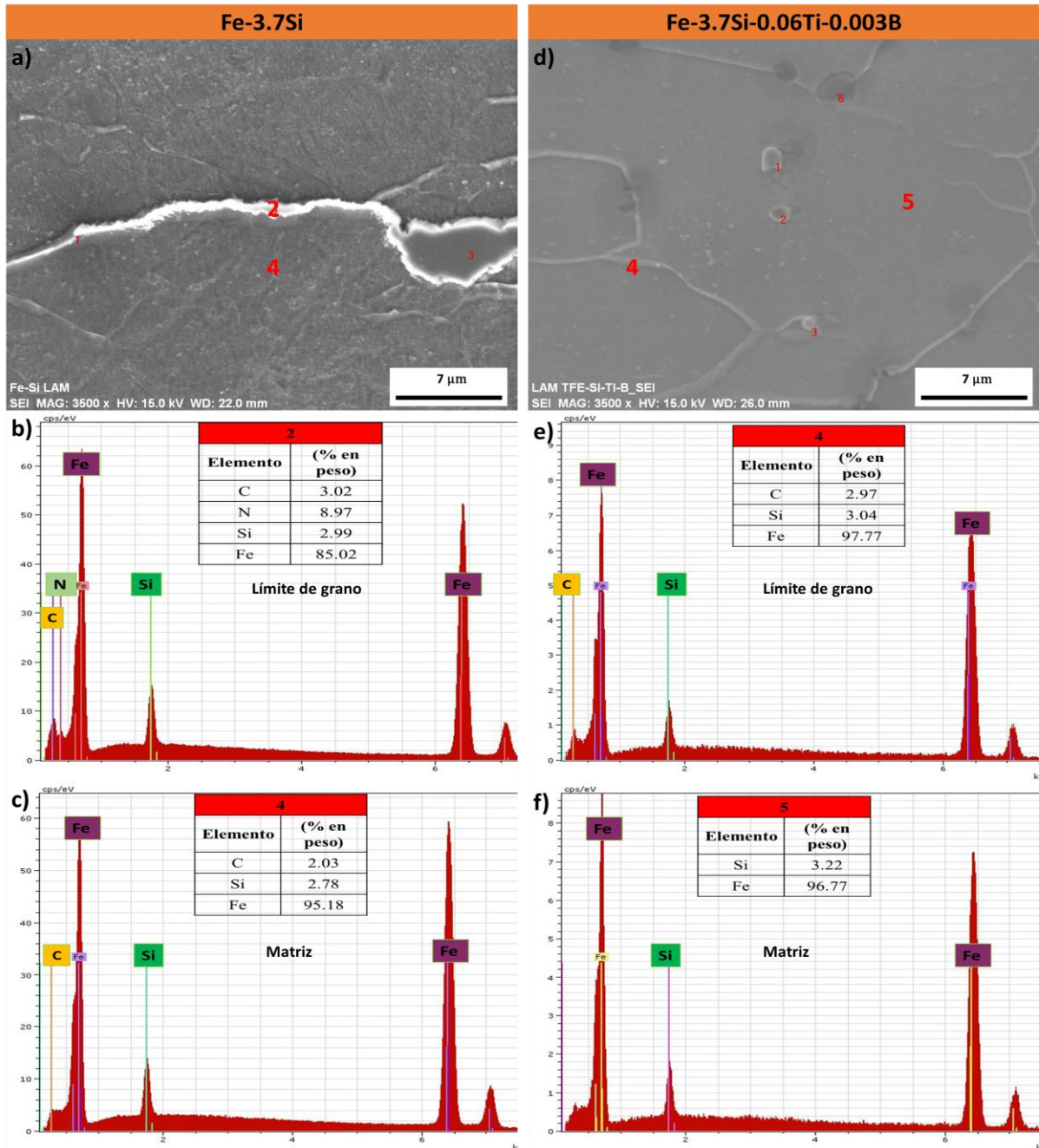


Figura 4.8. Análisis puntual químico de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de primera laminación en caliente.



En la **figura 4.8 a- c)** se observan los microanálisis puntuales con su porcentaje en peso y EDS del acero Fe-3.7Si. El análisis se realizó tanto en la matriz como en límites de grano con el objetivo de verificar si los elementos de aleación estaban dispersos en la matriz o segregados en algunas zonas. El análisis demostró que para el microanálisis 2 (límite de grano) y 4 (matriz) señalados en la **figura 4.8 a)** del acero de referencia, el Si y el Fe se encontraron dispersos tanto en la matriz como en límites de grano. Sin embargo, el porcentaje en peso de estos elementos no fue el mismo en los dos análisis. Como se aprecia en el límite de grano de la **figura 4.8 b)**, el porcentaje en peso del Fe fue mayor que en la matriz (**figura 4.8 c)**). Así mismo, el porcentaje en peso de silicio en el límite de grano (**figura 4.8 b)**) fue menor que en el análisis de la matriz. En el análisis también fue detectado nitrógeno, que pudo haber sido parte de una contaminación al momento de realizar el ataque químico para revelar la microestructura, o bien debido a las impurezas de las materias primas.

En las **figuras 4.8 d- f)** se muestra un análisis químico puntual de la matriz del límite de grano del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de primera laminación en caliente. En las **figuras 4.8 e, f)** se observan los microanálisis 4 (límite de grano) y 5 (matriz) señalados en la **figura 4.8 d)**. El microanálisis 4 corresponde al límite de grano y el 5 al análisis de la matriz. Dicho análisis demuestra que el silicio se encuentra disuelto por toda la matriz; el porcentaje en peso de silicio de los microanálisis se acerca al porcentaje de la composición química del acero. En el límite de grano se encontró presencia de carbono a mayores porcentajes en el análisis químico realizado por espectroscopia de chispa. Este elemento no fue detectado en la matriz. En esta condición en ambos microanálisis de matriz y límite de grano (**figuras 4.8 e, f)**) no fue detectado titanio y boro. De acuerdo a la **figura 4.8** se observa que los elementos de aleación de los dos aceros se encuentran distribuidos por toda la matriz. La variación de porcentajes de silicio y carbono es producto de la solidificación.

4.4.2 Análisis de precipitados

4.4.2.1 Análisis SEM-EDS

4.4.2.1.1 Solidificación



La **figura 4.9** muestra algunos precipitados representativos de los aceros estudiados en condición de solidificación.

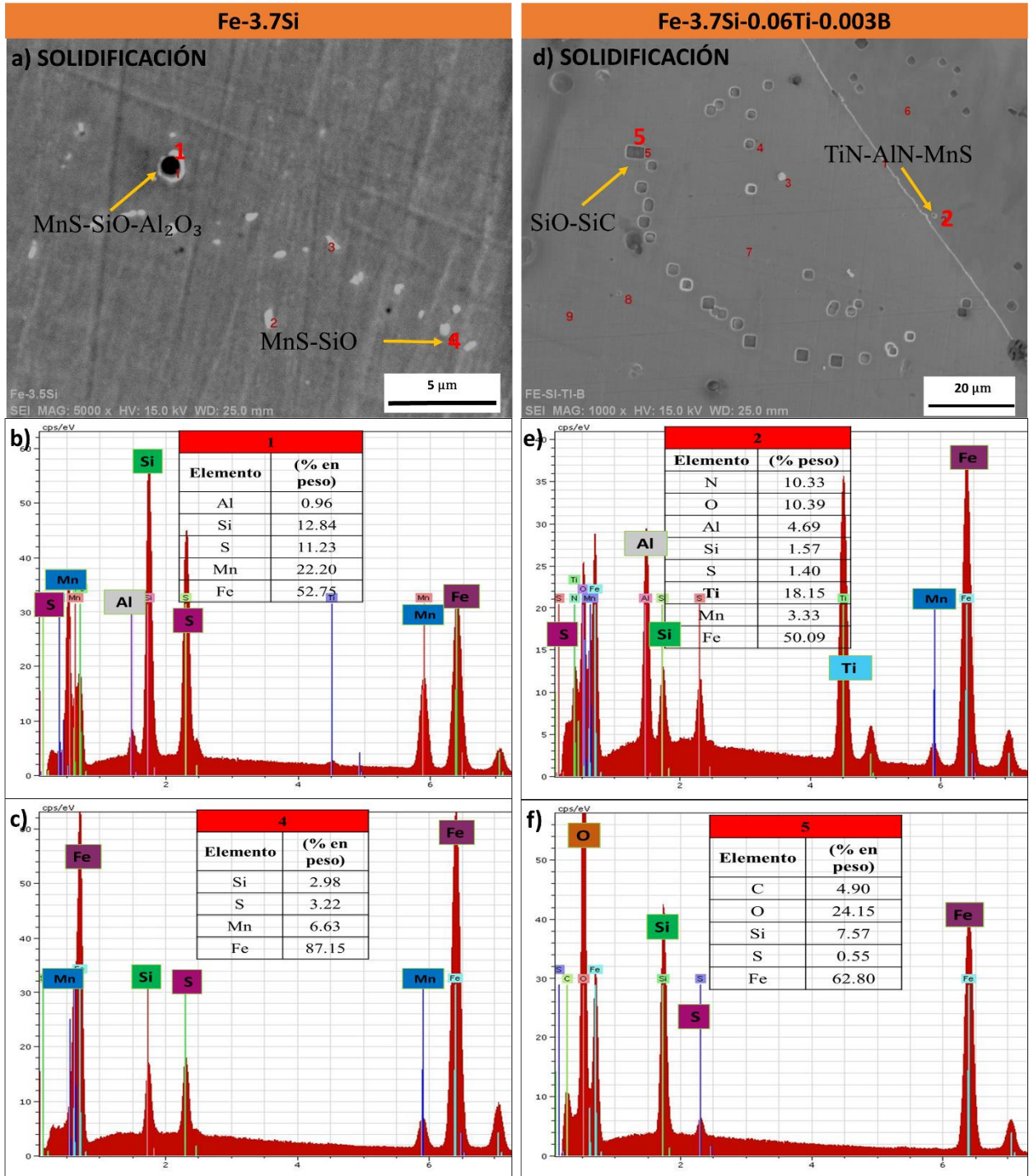


Figura 4.9. Análisis de precipitados en condición de solidificación.



Las **figuras 4.9 a-c)** muestran algunos precipitados junto con su EDS del acero Fe-3.7Si en condición de solidificación. La **figura 4.9b)** corresponde al microanálisis 1 ilustrado en la **figura 4.9 a)** y la **figura 4.9 c)** corresponde al microanálisis 4 que se observa en la **figura 4.9 a)**. Para el caso de la **figura 4.9 b)** se trata de una partícula compleja de MnS, SiO y Al₂O₃. En la **figura 4.9 c)** se observa el microanálisis 4 que pertenece a una partícula de MnS y SiO. Las partículas 2 y 3 en este acero son de la misma naturaleza que la partícula 4. Las **figuras 4.9 d-f)** muestran el análisis de precipitados del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de solidificación. El análisis químico que se muestra pertenece a las partículas 2 y 5 que se observan en la **figura 4.9 d)**. La partícula 2 mostrada en la **figura 4.9 e)** presenta altos porcentajes de titanio, nitrógeno y aluminio, por lo que se infiere se trata de una partícula compleja de TiN, AlN, acompañada de MnS. La partícula 5 principalmente se trata de un SiO. Debido a su baja energía y bajo contenido en el acero, es importante señalar que en esta condición no fue posible encontrar precipitados de boro como lo predijeron los diagramas de JMatPro® v 9.12.

De acuerdo a las predicciones de JMatPro® v 9.1.2 en el diagrama de equilibrio del acero Fe-3.7Si los MnS y AlN son de los primeros precipitados en formarse después de la ferrita, y estos prevalecen hasta temperatura ambiente. Tal como lo predijo JMatPro® v 9.1.2, en el acero microaleado se encontraron precipitados de titanio, Ti (C, N), sulfuros y nitruros que se formaron durante la solidificación, sin embargo, no se encontraron precipitados de boro en esta condición mediante la técnica SEM-EDS ya que esta técnica no detecta partículas tan finas. Por su parte, Fu y colaboradores [32] reportaron la presencia de precipitados ricos en boro que refinaron el grano de un acero eléctrico en la condición de solidificación.

Según la teoría de nucleación y crecimiento las partículas de impureza sirven como nucleantes de otras partículas [49]. En este caso las partículas formadas desde temperatura alta como lo son MnS y AlN actúan como nucleantes de nuevas partículas formadas a temperaturas inferiores, de ahí la naturaleza compleja de partículas como Ti (C, N), TiN-AlN-MnS, MnS-SiO-Al₂O₃, presentes en los aceros bajo estudio.

4.4.2.1.2 Primera laminación en caliente (LAM C1)

La **figura 4.10** muestra precipitados de los aceros en condición de primera laminación en caliente. Los precipitados del acero Fe-3.7 Si en condición de primera laminación en caliente se muestran



en las **figuras 4.10 a-c)**. Los dos precipitados analizados en esta condición presentan una morfología similar y de acuerdo a su análisis químico son de la misma naturaleza. Principalmente se trata de una partícula compleja de MnS, SiC y SiO. Su única diferencia radica en que la partícula 2 contiene Al₂O₃. Las **figuras 4.10 d-f)** muestran los precipitados del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. Se analizaron las partículas 1 y 2 que se observan en la **figura 4.10 d)**. Las partículas 1 y 2 poseen los mismos elementos y sus porcentajes en peso son muy similares. El elemento de mayor porcentaje es el titanio, por lo cual se concluye que se trata de una partícula rica en titanio del tipo TiN junto con MnS, AlN y TiO. El tamaño aproximado de estas partículas es de 3 μm.

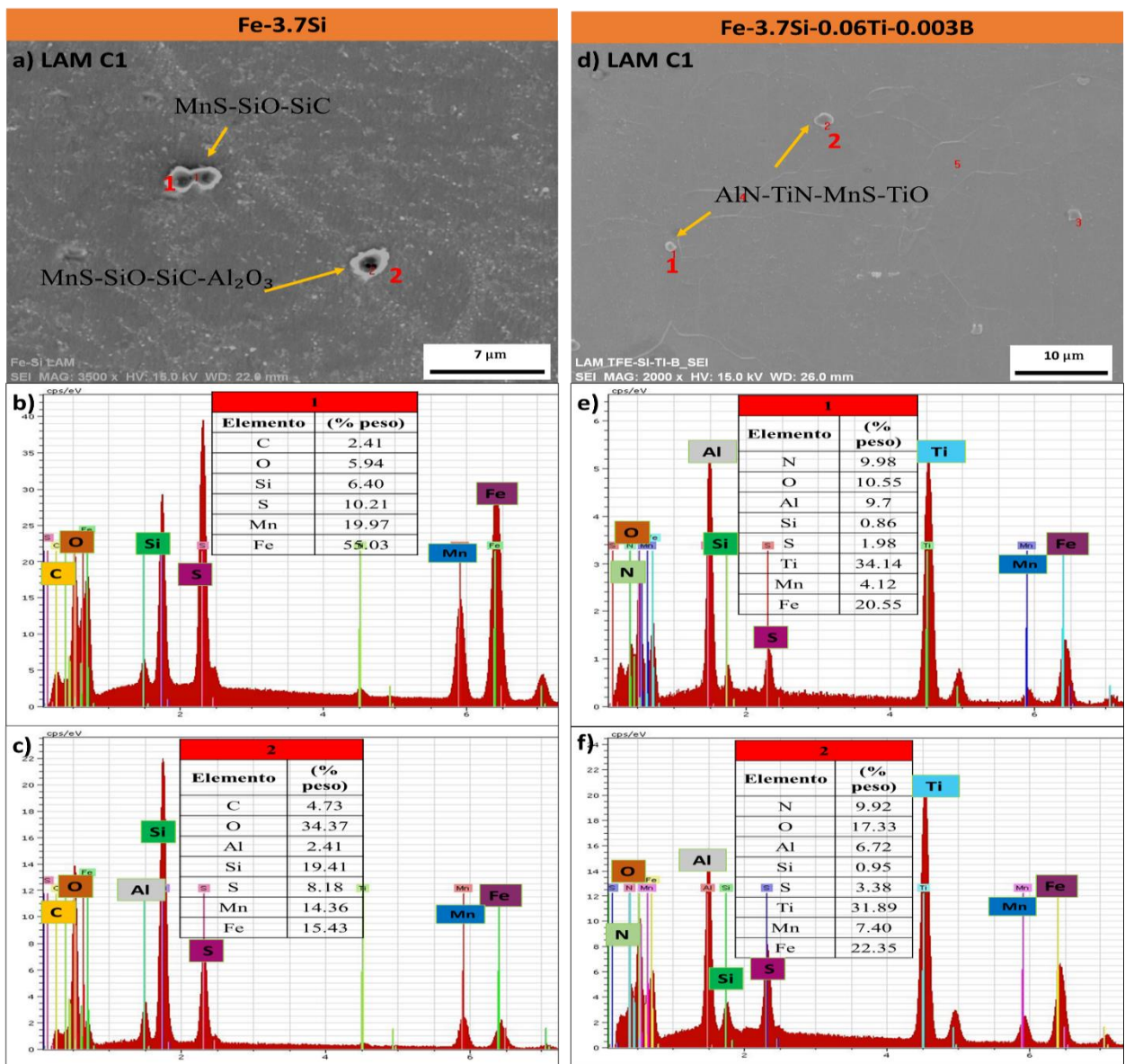


Figura 4.10. Análisis de precipitados en condición de primera laminación en caliente.



4.4.2.1.3 Segunda laminación en caliente (LAM C2)

La **figura 4.11** muestra precipitados de los aceros en condición de segunda laminación en caliente.

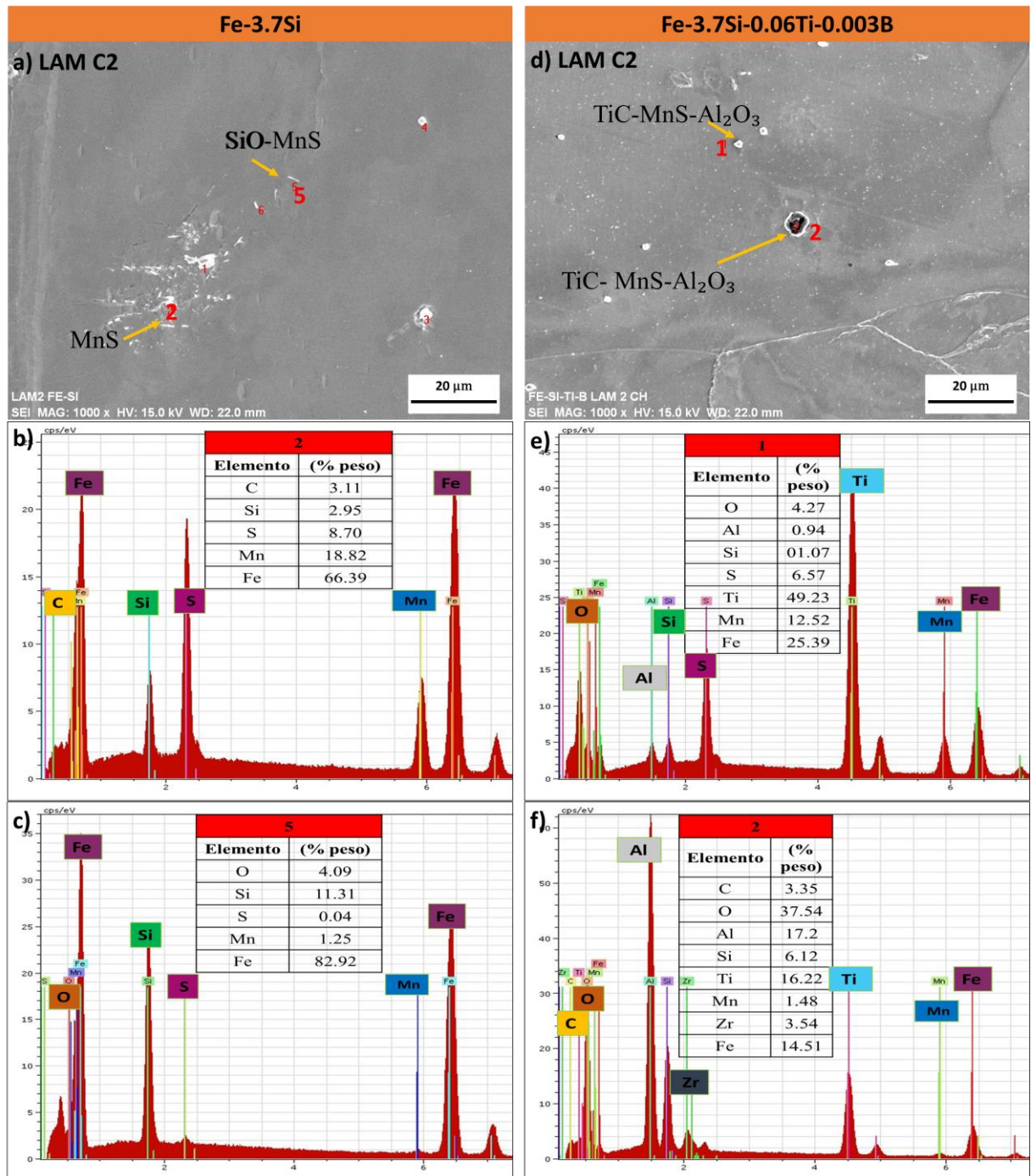


Figura 4.11. Análisis de precipitados en condición de segunda laminación en caliente.



Los precipitados correspondientes al acero Fe-3.7Si de la condición de segunda laminación se observan en las **figuras 4.11 a– c)**. Los precipitados seleccionados para el análisis fueron el 2 y 5 de la **figura 4.11 a)** cuya morfología para el caso del precipitado 2 es semi-circular de naturaleza MnS de acuerdo al EDS de la **figura 4.11 b)**. Mientras que el precipitado 5 presenta una morfología en forma de aguja y de acuerdo a su EDS mostrado en la **figura 4.11 c)** se trata de una partícula compleja de SiO con MnS. En este caso el SiO es un producto de oxidación durante la etapa de calentamiento. Las **figuras 4.11 d-f)** muestran los precipitados del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. En la **figura 4.11 d)** se observa que el tamaño de las partículas es diferente, la partícula 2 es aproximadamente de 7 μm , mientras que la partícula 1 es de 3 μm . Los elementos presentes en estas dos partículas son muy similares e indican que están compuestas por TiC, MnS y Al₂O₃, sin embargo, sus porcentajes en peso varían. Es importante mencionar que para el caso de la partícula 2 esta contiene una pequeña cantidad de zirconio, el cual pudo incorporarse al acero debido a una contaminación del crisol al momento de la fusión, o bien al recubrir las muestras con pintura de zirconia para proteger de la oxidación durante el calentamiento para la laminación en caliente.

4.4.2.1.4 Primera laminación en frío (LAM F1)

La **figura 4.12** muestra precipitados de los aceros en condición de primera laminación en frío. En las **figuras 4.12 a-c)** se observan los precipitados del acero Fe-3.7Si. El análisis químico puntual de las partículas 4 y 5 se muestran en las **figuras 4.12 b-c)**. La **figura 4.12 b)** muestra el EDS de la partícula 4 el cual indica que está compuesta de MnS y SiC, al igual que las partículas 9 y 10. El tamaño aproximado de esta partícula es 2 μm . En la **figura 4.12 a)** se observa que en algunos granos se tienen regiones con mayor concentración de partículas. El análisis de la partícula 5 revela que estas regiones son ricas en carbono, y que se trata de SiC. En las **figuras 4.12 d- f)** se muestran algunas partículas precipitadas del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de primera laminación en frío. En la **figura 4.12 d)** se aprecia dos morfologías diferentes de partículas y de distintos tamaños. La **figura 4.12 e)** corresponde al análisis de la partícula 1, que se encuentra en el límite de grano, cuyo tamaño aproximado es de 4 μm . La naturaleza de esta partícula es compleja ya que contiene varios elementos y puede estar formando varios compuestos tales como Ti (C, N), AlN, MnS. En un segundo límite de grano se observa una gran cantidad de partículas precipitadas, y de acuerdo a la **figura 4.12 d)** son de la misma morfología. El análisis químico de la partícula 7



mostrado en la **figura 4.12 f)** da a conocer que estas partículas son ricas en carbono. Se trata de SiC y su tamaño llega a ser del orden de los nm. El origen de los precipitados de SiC podría estar relacionado con alguna contaminación externa de C durante la fabricación de los aceros y los tratamientos térmicos y termo-mecánicos realizados.

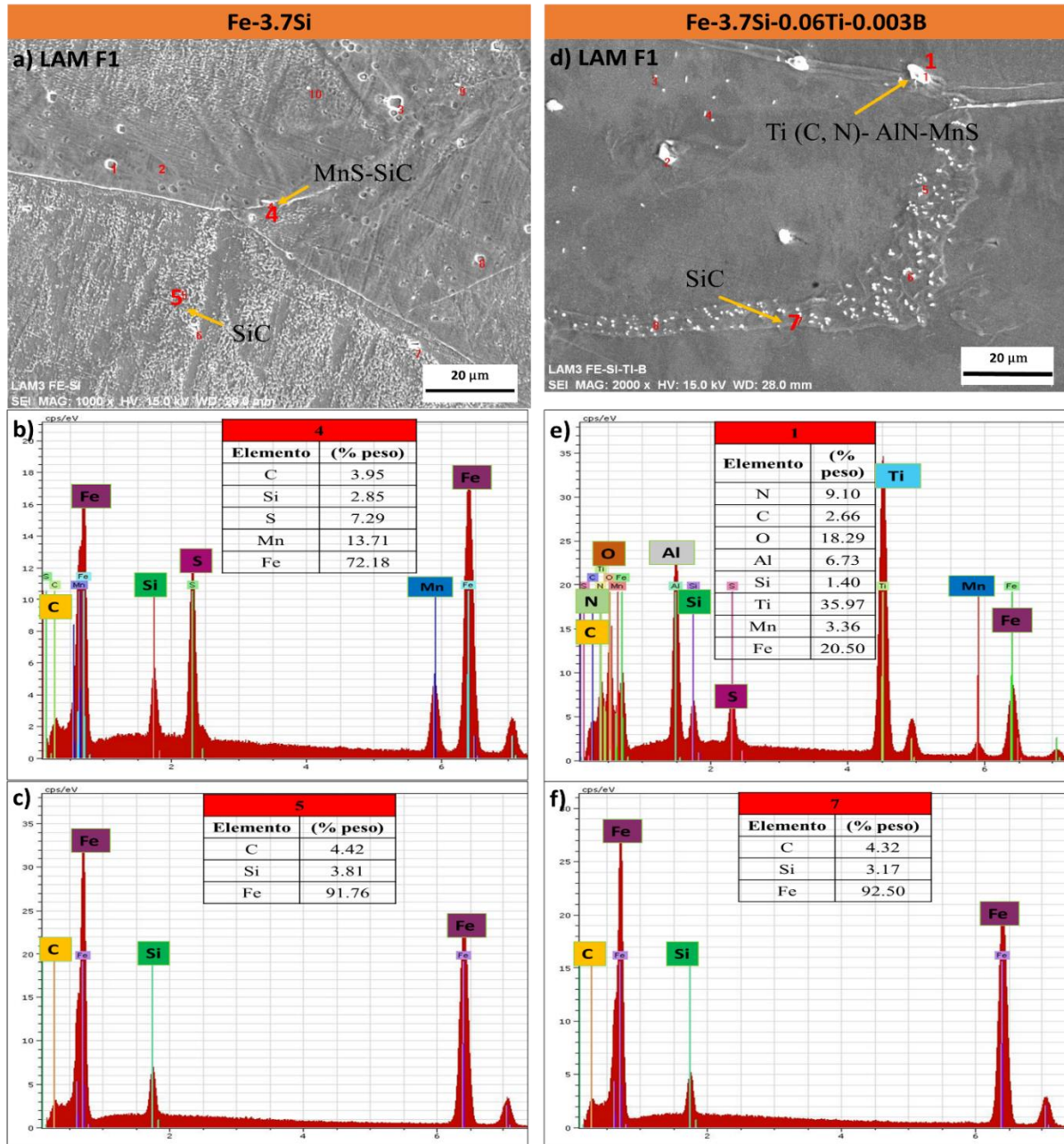


Figura 4.12. Análisis de precipitados en condición de primera laminación en frío.

4.4.2.1.5 Segunda laminación en frío (LAM F2)

La **figura 4.13** muestra precipitados de los aceros en condición de segunda laminación en frío.

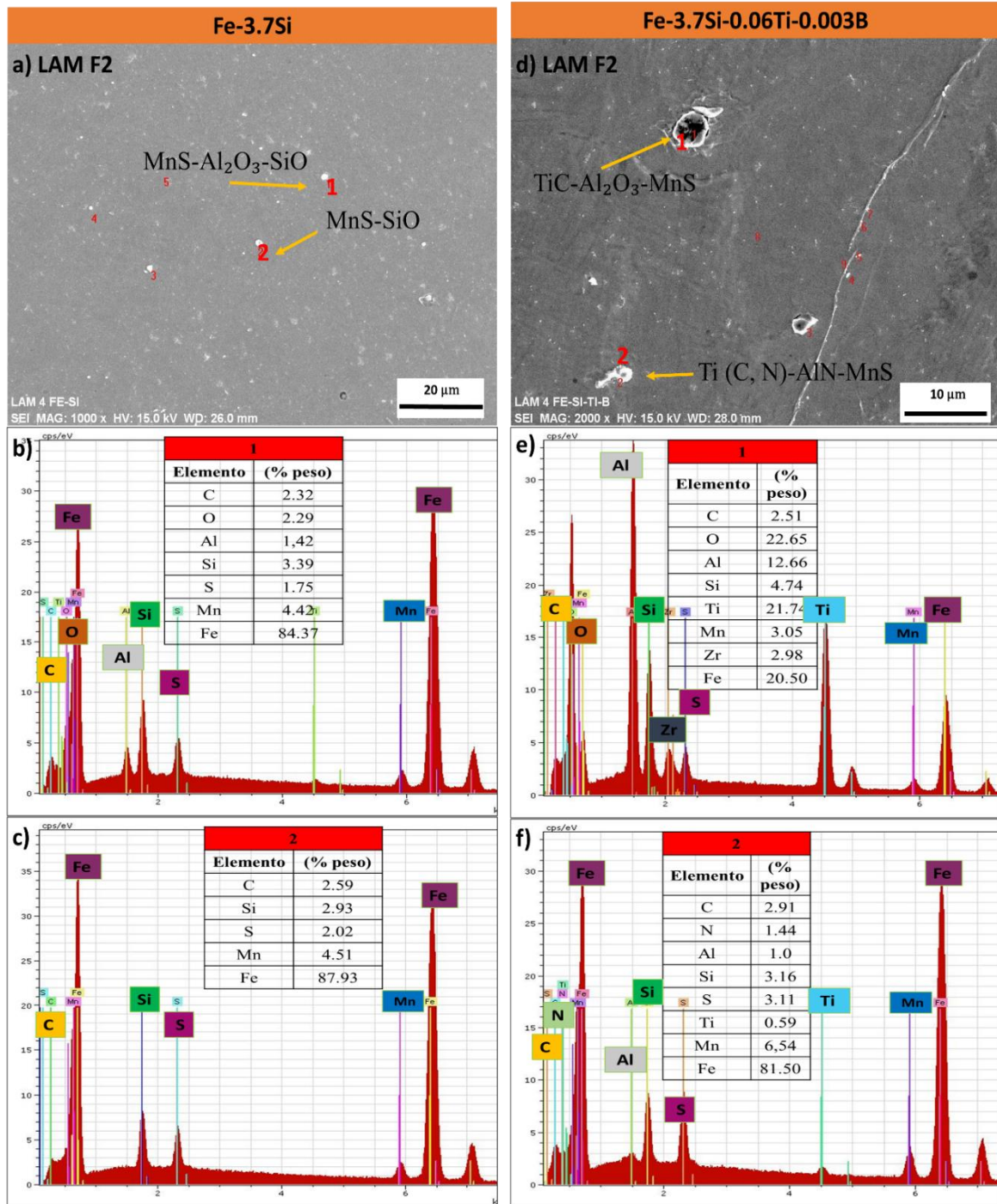


Figura 4.13. Análisis de precipitados en condición de segunda laminación en frío.



El análisis de precipitados de la condición de segunda laminación en frío del acero Fe-3.7Si se observa en las **figuras 4.13 a- c)**. La **figura 4.13 b)** muestra el análisis de la partícula 1 de la **figura 4.13 a)**, la cual corresponde a una partícula de naturaleza compleja de MnS, Al₂O₃ y SiO. En el caso de la **figura 4.13 c)** se observa que la partícula es un MnS con SiO, pero ésta no contiene Al₂O₃. Este análisis corresponde a la partícula 2 de la **figura 4.13 a)**. Para el acero Fe-3.7Si-0.06Ti 0.003B las **figuras 4.13 d-f)** corresponden a los análisis de precipitados de la condición segunda laminación en frío. El análisis químico puntual de las partículas 1 y 2 señaladas en la **figura 4.13 a)** indica que estas partículas son muy similares. En la **figura 4.13 e)** se tiene una partícula rica en aluminio y titanio, tratándose de TiC, Al₂O₃ y MnS, mientras que en la **figura 4.13 f)** la partícula 2 tiene alto manganeso y azufre, que lo cual corresponde a MnS con Ti (C, N) y AlN.

4.4.2.16 Tratamiento térmico de recocido de recristalización primaria ruta 1 (TTRC1 R1)

El análisis de precipitados en condición de primera recristalización de la ruta 1 se observa en la **figura 4.14**. Los precipitados del acero Fe-3.7Si se observan en la **figura 4.14 a)** cuyo análisis corresponde a la partícula 2 y la **figura 4.14 c)** a la partícula 5. Se observa que estos precipitados se encuentran en límites de grano y matriz, presentan una morfología muy similar y su naturaleza es compleja tratándose de MnS-SiC. Los precipitados del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B se muestran en las **figuras 4.14 d- f)**. En el análisis de la partícula 1 que se muestra en la **figura 4.14 e)**, esta partícula es de naturaleza compleja, y principalmente contiene Ti (C, N), AlN y MnS, se encuentra en un límite de grano y su morfología es esférica. Su análisis químico muestra la presencia de zirconio, el cual como se mencionó anteriormente pudo ser por una contaminación al momento de la fusión o durante el tratamiento ya que a la pieza se le dio un recubrimiento con pintura de zirconia. En la **figura 4.14 f)** se observa el análisis químico puntual de la partícula 3 observada en la **figura 4.14 d)**. Esta partícula presenta los mismos elementos que en la **figura 4.14 e)** excepto por el zirconio. A su vez presenta mayor porcentaje de manganeso, azufre y silicio por lo que su naturaleza es probablemente de TiC-Al₂O₃-MnS. A pesar que las dos partículas presentan una morfología muy similar, su tamaño es diferente. El tamaño aproximado de la partícula 1 es 3 μm mientras que el tamaño de la partícula 3 es alrededor de 1.5 μm.

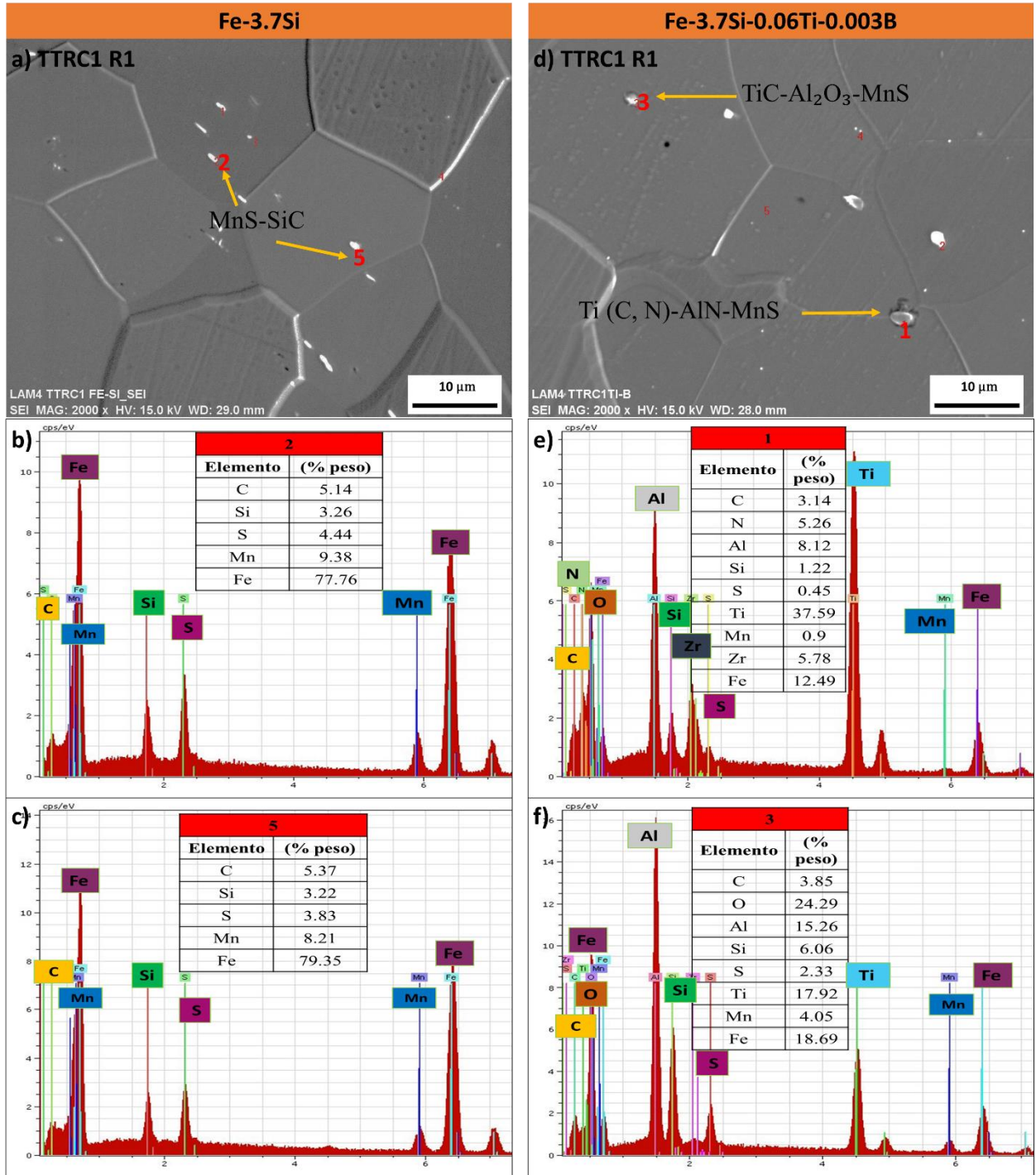


Figura 4.14. Análisis de precipitados en condición de recrystalización primaria R1.

4.4.2.1.7 Tratamiento térmico de recocido de recrystalización primaria ruta 2 (TTRC1 R2)

La figura 4.15 muestra los análisis de precipitados en condición de recrystalización primaria R2.



Los precipitados del acero Fe-3.7Si de recristalización primaria de R2 se muestran en las **figuras 4.15 a-c)**. Las partículas 1 y 4 contienen MnS, Al₂O₃ y algunos SiC, y su composición química se puede ver en las **figuras b-c)**. Los precipitados del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B se observan en la **figura 4.15 d-f)** donde las partículas 1 y 4 están compuestas por TiC y Al₂O₃, de acuerdo a los resultados de análisis químico en las **figuras 4.15 e- f)**.

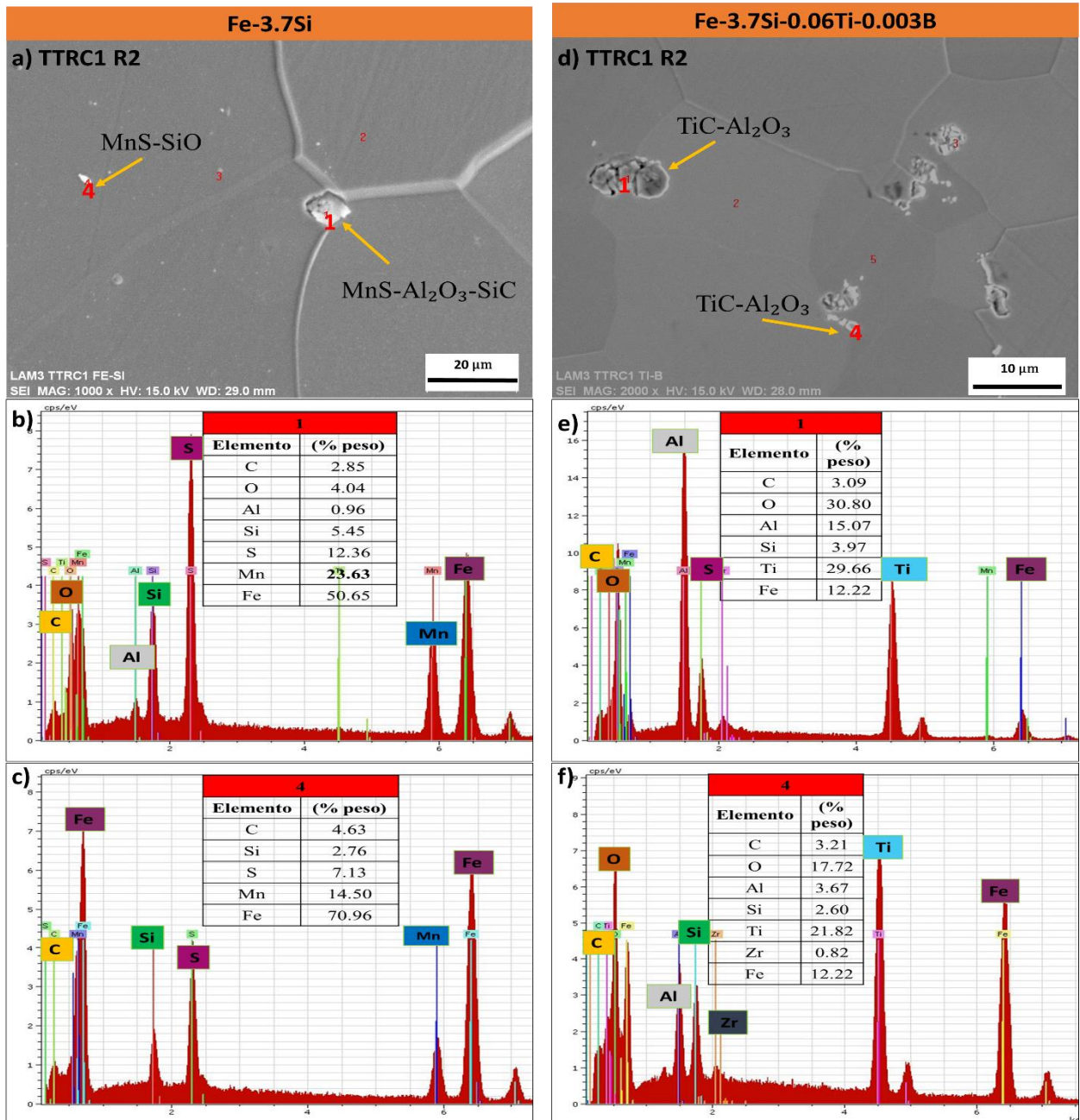


Figura 4.15. Análisis de precipitados en condición de recristalización primaria R2.



4.4.2.18 Tratamiento térmico de recocido de recristalización secundaria ruta 1 (TTRC2 R1)

La figura 4.16 muestra los análisis de precipitados en condición de recristalización secundaria R1

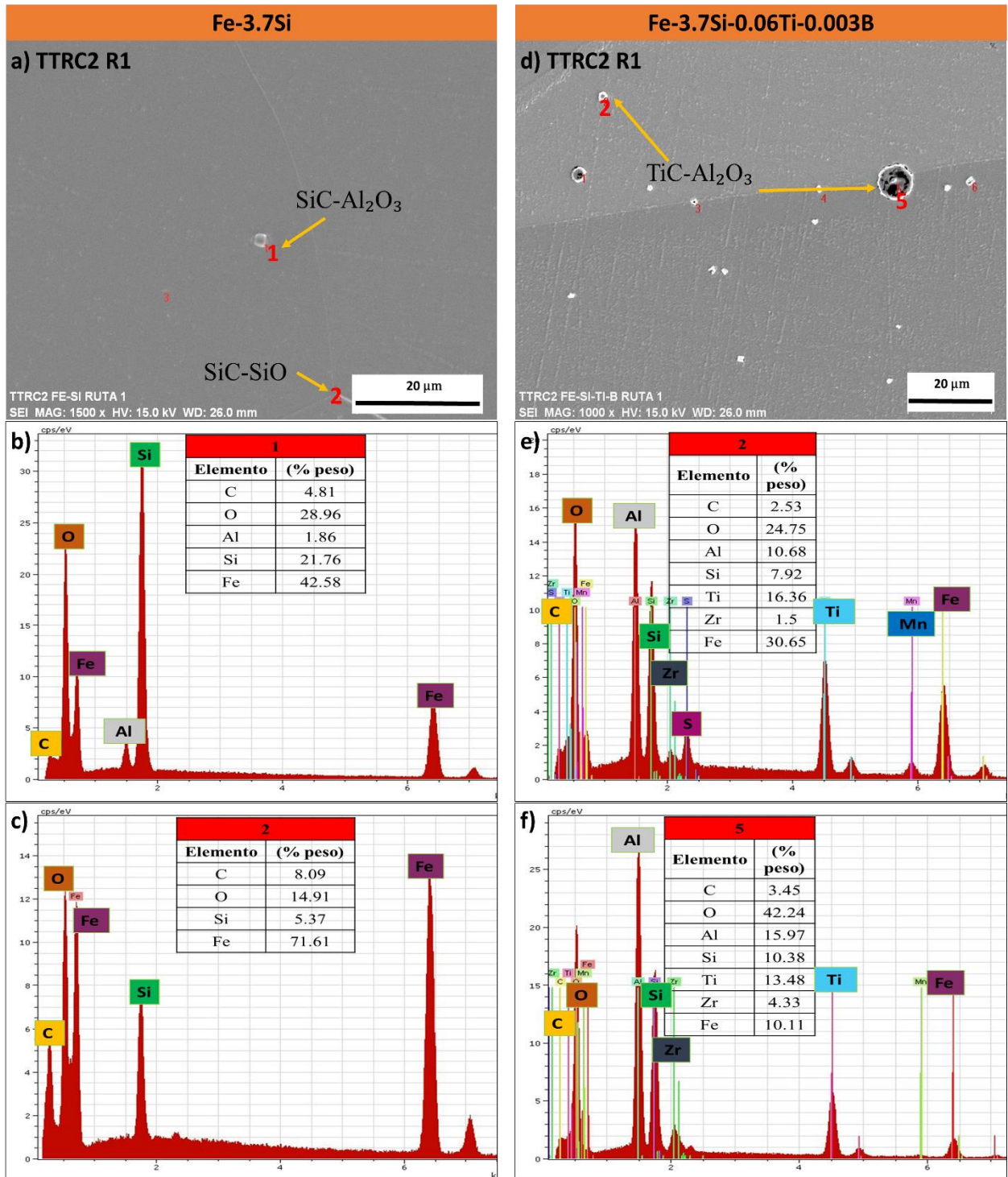


Figura 4.16. Análisis de precipitados en condición de recristalización secundaria R1.



Las **figuras 4.16 a-c)** muestra el análisis de precipitados del acero Fe-3.7Si en condición de recristalización secundaria de la ruta 1. El análisis químico mostrado en las **figuras 4.16 b-c)** pertenecen a las partículas 1 y 4 señaladas en la **figura 4.16 a)**. El análisis de composición química revela que la partícula 1 está compuesto por SiC y Al₂O₃. En cambio, en el caso de la partícula 4 esta contiene SiC y SiO. Las **figuras 4.16 d-f)** muestran los precipitados y análisis químico puntual del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. Las partículas 2 y 5 señalada en **figura 4.16 d)** parecen ser de la misma naturaleza TiC y Al₂O₃, y de acuerdo a su análisis químico la diferencia está en los porcentajes en peso de los elementos.

4.4.2.1.9 Tratamiento térmico de recocido de recristalización secundaria ruta 2 (TTRC2 R2)

La figura **4.17** muestra los precipitados y microanálisis químico en condición de recristalización secundaria de la ruta 2. Las **figuras 4.17 a-c)** presentan los precipitados del acero Fe-3.7Si, mientras que las **figuras 4.17 d-e)** los del acero Fe-3.5Si-0.06Ti-0.003B. En la **figura 4.17 b)** se observa el análisis químico puntual de la partícula 1, el cual contiene SiO y Al₂O₃. El análisis químico en la **figura 4.17 c)** revela que la partícula 2 también es un SiO junto con SiC y Al₂O₃. En la **figura 4.17 d)** se aprecia un precipitado de orden nanométrico del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B, cuyo análisis químico aparece en la **figura 4.17 e)**. Esta partícula es muy compleja pues presenta SiO, TiC, MnS y Al₂O₃.

Tal como lo predijo el programa JMatPro® v 9.1.2, en el acero Fe-3.7Si en todas las condiciones se presentan precipitados de MnS y AlN, y para el caso del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B también se encontraron precipitados del tipo TiC y TiN. Sin embargo, después del tratamiento de recristalización secundaria la cantidad de precipitados disminuyó y se detectaron bastantes óxidos de silicio, que se adjudica a la oxidación del silicio durante la etapa de calentamiento.

En este sentido, Jenkins y colaboradores [25] reportaron la formación de precipitados de Ti (C, N) a una temperatura de 1050° C en un acero eléctrico, cuya composición química fue 3.2 Si, 0.1 Mn, 0.01 P, 0.001 S, 0.001 N, 0.96 Al y 0.005 Ti (% en peso). Estos precipitados se encontraron principalmente en límites de grano después de un recocido a 1060°C, el tamaño de los precipitados fue de aproximadamente 55 nm. De acuerdo con lo reportado por Jenkins es muy probable que después del tratamiento de recristalización secundaria se encuentren los precipitados de Ti de



tamaño nanométrico en el acero microaleado bajo estudio. Sin embargo, con las técnicas de caracterización empleadas no fue posible detectarlos.

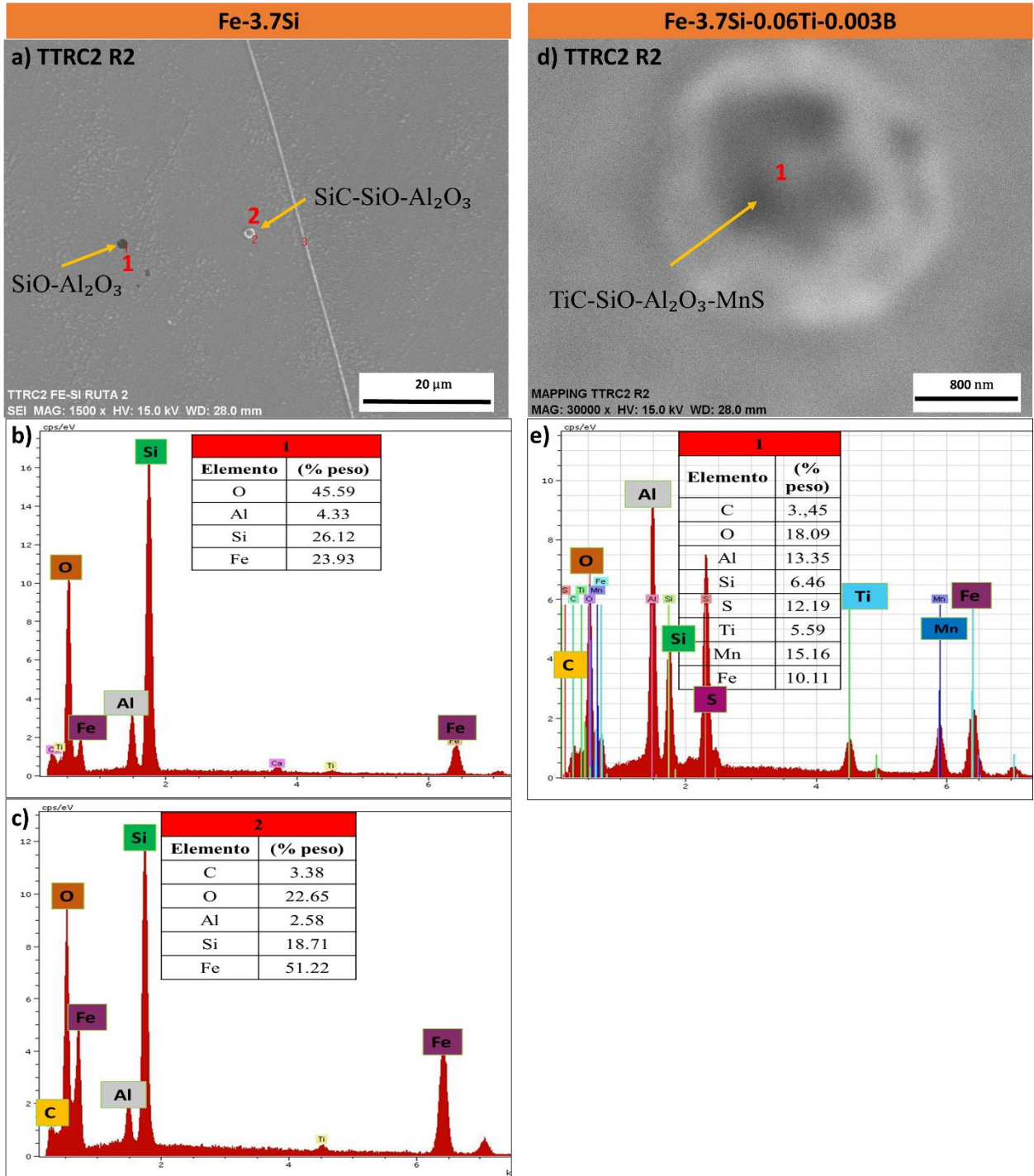


Figura 4.17. Análisis de precipitados en condición de recrystalización secundaria R2.



En general el análisis de precipitados demostró que, en las diferentes condiciones de solidificación, laminación en caliente, laminación en frío, recristalización primaria y secundaria existe la presencia de inhibidores que promueven la orientación preferencial. En todas las condiciones de los aceros bajo estudio hay evidencia de partículas de MnS y AlN, lo cual coincide con las predicciones de JMatPro® v 9.1.2, donde se observa que estos precipitados se forman desde altas temperaturas. En el caso del acero microaleado las partículas ricas en Ti son de naturaleza compleja, y su tamaño aproximado es de 3 μm . Por otro lado, el análisis mediante SEM-EDS con deconvolución fue posible encontrar precipitados de B. También se observó que después del tratamiento de recristalización secundaria la cantidad de precipitados de titanio, sulfuros y nitruros disminuyó considerablemente. Sin embargo, y a pesar de que las muestras fueron recubiertas con pintura de zirconia durante los tratamientos térmicos, las partículas de SiO incrementaron, lo cual se atribuyen a la oxidación durante el tiempo de permanencia y que no se realizó bajo una atmósfera controlada.

4.4.2.2 Mapeos químicos

Las **figuras 4.18-4.20** muestran los mapeos químicos elementales de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B, en las condiciones de solidificación, segunda laminación en caliente, primera laminación en frío, segunda laminación en frío, recristalización primaria ruta 1 y 2, y recristalización secundaria ruta 2.

En la **figura 4.18** muestra los mapeos de las condiciones de solidificación, laminación en caliente 1 y 2. Los mapeos del acero Fe-3.7Si muestran partículas precipitadas de MnS, lo cual se corrobora con los resultados obtenidos en los análisis químicos puntuales de los precipitados y con los diagramas calculados de JMatPro® v 9.1.2. Para el acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B los mapeos muestran partículas de mayor complejidad. De los tres mapeos se observa que los precipitados de titanio se encuentran rodeando la partícula de MnS. En la **figura 4.19 a-c)** se observan los mapeos del acero Fe-3.7Si. En las tres condiciones muestran el mismo precipitado de MnS. En las **figuras 4.19 d-f)** se observan los mapeos del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B, y se observan partículas precipitadas de titanio, manganeso, azufre y aluminio. Cabe señalar que en los mapeos de estas condiciones a diferencia de los mapeos de la **figura 4.18** los precipitados de titanio se encuentran en el centro de la partícula y los MnS se encuentran alrededor de este.

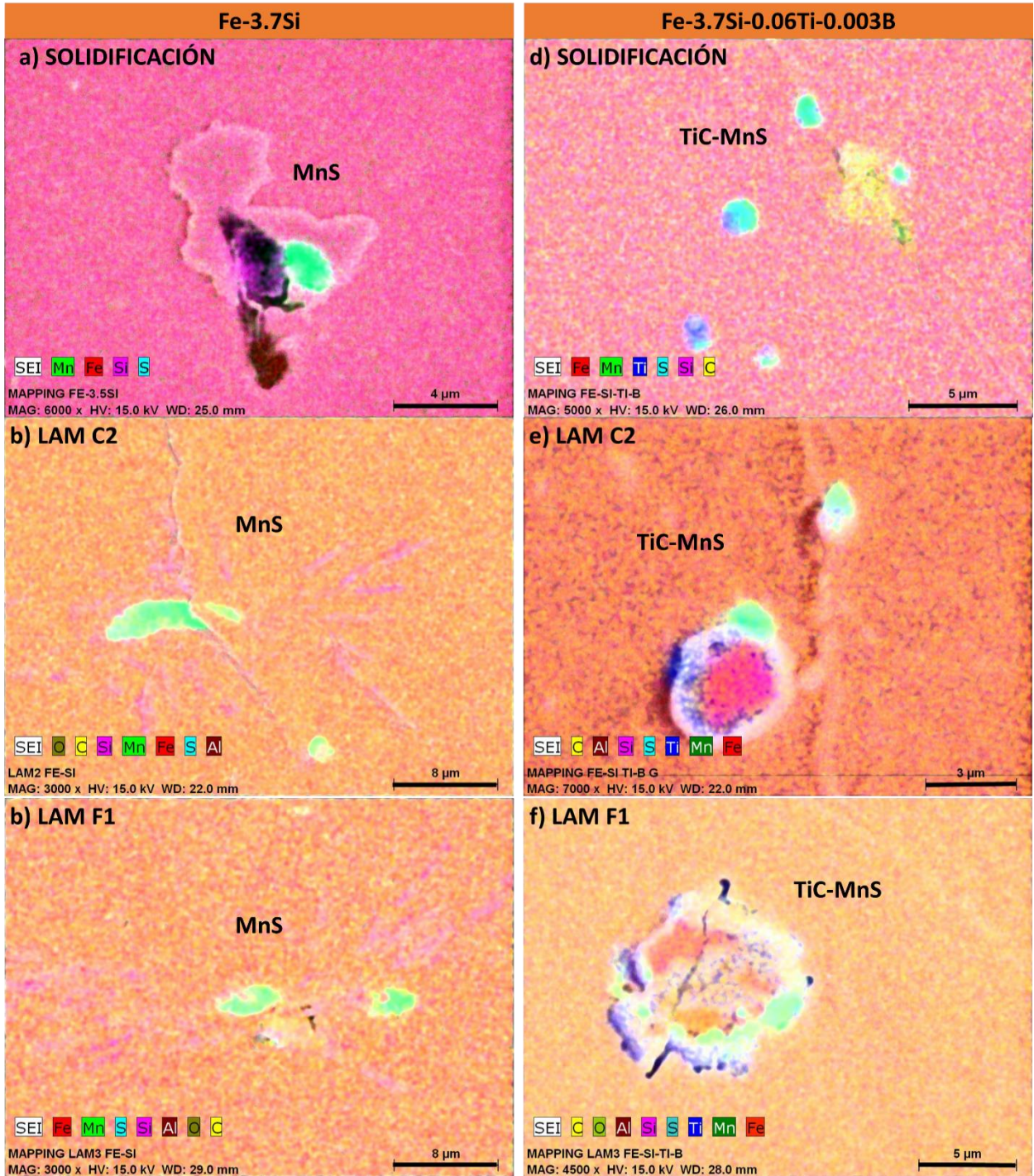


Figura 4.18. Mapeos químicos elementales. a, d) Solidificación, b, e) Laminación en caliente 2, c, f) Laminación en frío 1.

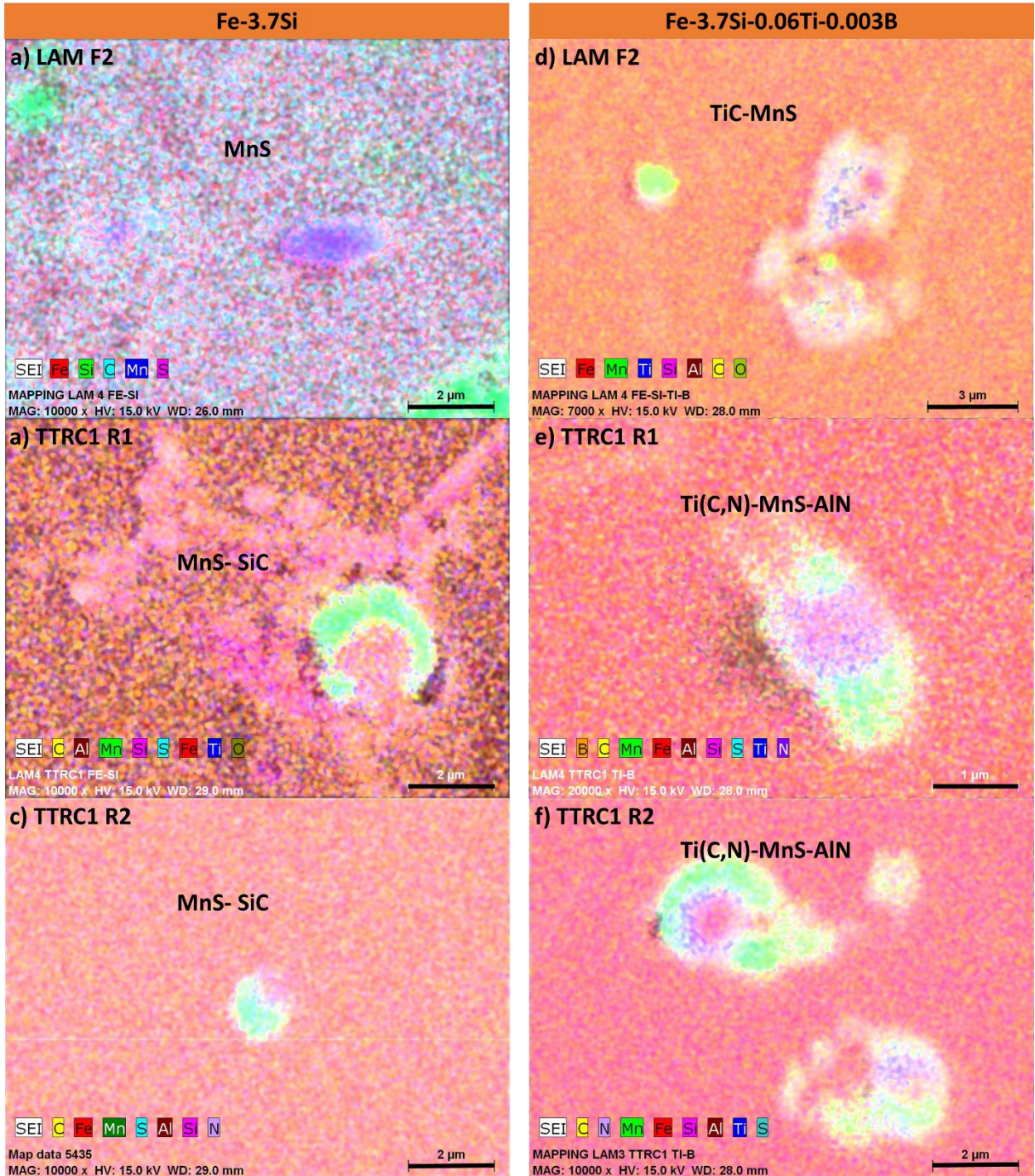


Figura 4.19. Mapeos químicos elementales. a, d) Segunda laminación en frío, b, e) Recristalización primaria ruta 1, c, f) Recristalización primaria ruta 2.



La **figura 4.20** se observan los mapeos químicos en condición de recristalización secundaria de la ruta 2. El mapeo del acero Fe-3.7Si no se ve bien definido, pues más que un precipitado se trata de un óxido y por ello se difumina en la matriz. El mapeo del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B igual que en las **figuras 4.18** y **4.19** muestra una partícula compleja de titanio, carbono, manganeso y azufre. Es preciso señalar que, según la teoría de nucleación y crecimiento de precipitados, los primeros precipitados en formarse funcionan como puntos de nucleación para la formación de nuevas partículas [49]. En este caso los precipitados como los MnS y AlN formados a altas temperaturas actúan como nucleantes para precipitar nuevas partículas. De acuerdo con los resultados anteriores estas partículas complejas pueden ser Ti (C, N) para el caso del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.

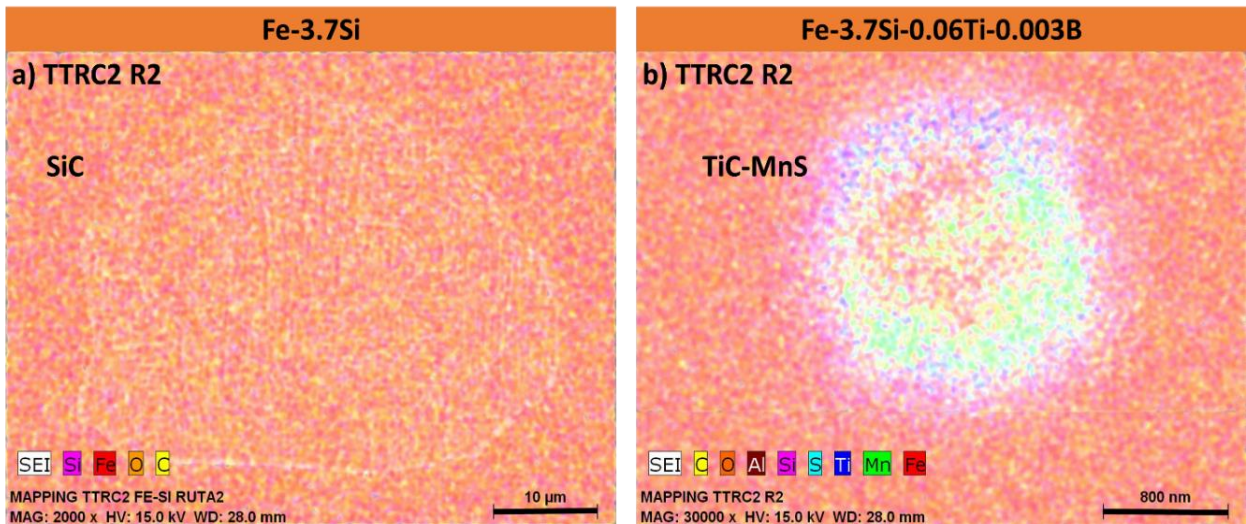


Figura 4.20. Mapeos químicos elementales recristalización secundaria ruta2.

Con el propósito de identificar partículas de boro se realizaron deconvoluciones mediante SEM-EDS en el acero microaleado con Ti/B. En la condición de recristalización primaria de la ruta 1 se tuvo una mejor identificación de este elemento en diferentes partículas. La **figura 4.21** muestra la deconvolución del boro en la condición de recristalización primaria de la ruta 1 del acero microaleado con Ti/B. La **figura 4.21 a)** muestra la partícula analizada para la deconvolucion. Como se puede observar el tamaño aproximado de esta partícula es de 2 µm. La **figura 4.21 b)** muestra la deconvolucion, donde es posible apreciar en color verde un pequeño pico perteneciente

al elemento de boro. Es importante señalar la presencia de Ti y C, por lo que se trata de una partícula compleja, de acuerdo a las predicciones de JMatPro® v 9.1.2 puede ser TiB_2C_{32} .

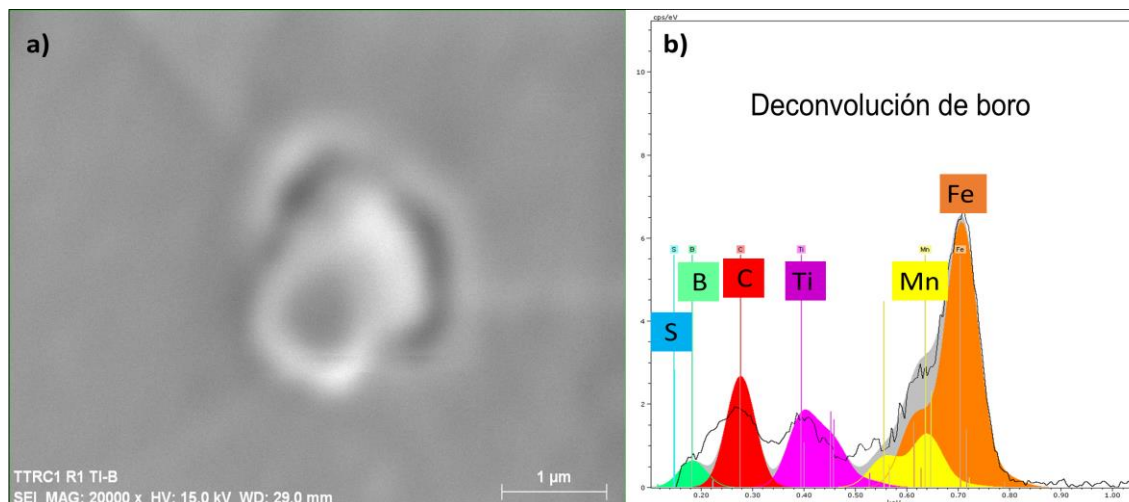


Figura 4.21. Deconvolución de boro. a) Partícula analizada, b) Deconvolución.

La **tabla 4.3** muestra el % en peso de los elementos encontrados en la partícula analizada para la deconvolución de boro. De acuerdo a la tabla se puede afirmar que las partículas de boro están presentes en partículas complejas de más de un elemento químico.

Tabla 4.3. EDS deconvolución de boro.

Elemento (%en peso)							
B	C	Al	Si	S	Ti	Mn	Fe
3.9	5.9	1	2.4	2.3	9.4	4.13	70.9

4.5 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

4.5.1 Análisis EBSD en condición de segunda laminación en frío

La **figura 4.22** muestra la barra de identificación para ángulos de Euler **a)** y el triángulo de orientación colorimétrica para los mapas IPF **b)**. La **figura 4.22 a)** permite identificar los ángulos



de Euler φ_1 , ϕ y φ_2 en el mapa de calidad, de acuerdo a su color. La **figura 4.22 b)** muestra el triángulo de orientación colorimétrica, donde cada color representa una dirección de orientación preferencial.

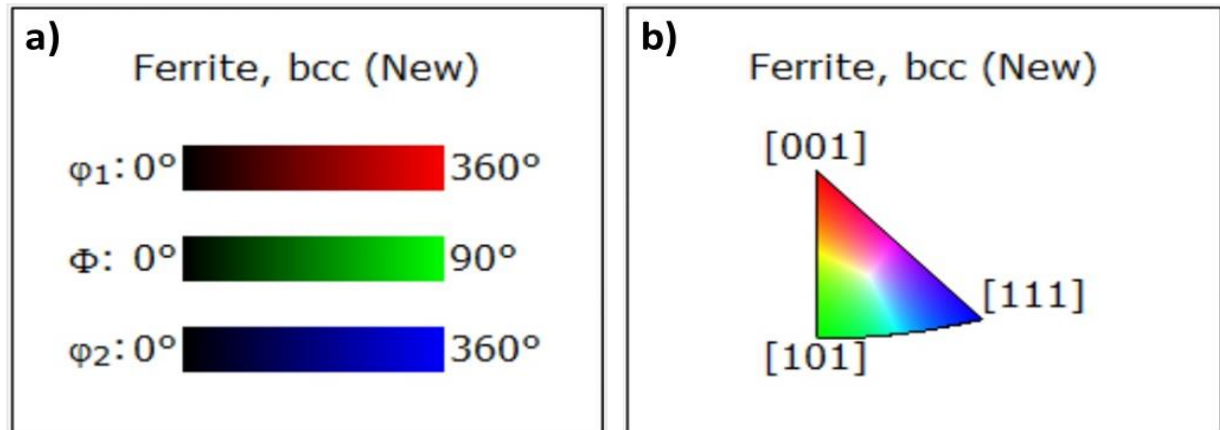


Figura 4.22. a) Barra de identificación para ángulos de Euler, b) Triángulo de orientación colorimétrica para los mapas IPF.

4.5.1.1 Mapas de calidad

La **figura 4.23** muestra el mapa de calidad y figuras de polo inversas (IPF) de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de segunda laminación en frío. En las **figuras 4.23 a, c)** se observa el patrón de calidad para ambos aceros el cual muestra los granos y límites de acuerdo a distintas tonalidades. De acuerdo a los IPF-X de las **figuras 4.23 b, d)** se observan distintas orientaciones en los aceros de acuerdo al código de colores. En la **figura 4.23 b)** no se observa una coloración predominante, por lo que se puede decir que no se presenta textura preferencial. Para el caso de la **figura 4.23 d)** presenta una coloración verde que predomina, la cual corresponde a la dirección $[101]$, la segunda coloración definida es roja, que corresponde a la dirección $[001]$. Por lo anterior se puede decir que para el acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B se empieza a desarrollar una textura preferencial en las direcciones cristalográficas.

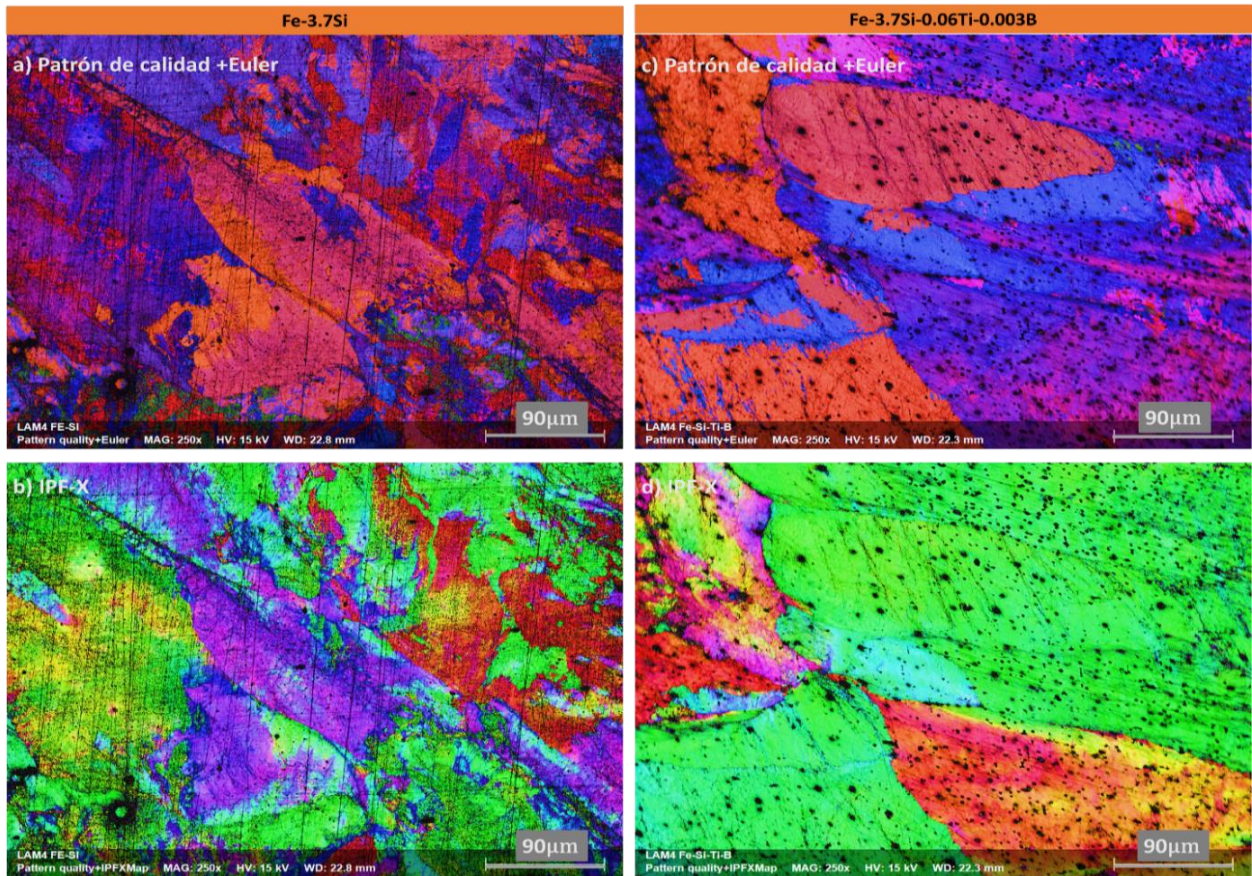


Figura 4.23. Mapas de calidad e IPF-X. a, c) patrón de calidad + Euler. b, d) Patrón de calidad + IPF-X.

4.5.1.2 Figuras de polo inversas

La **figura 4.24** muestra las figuras de polo inversas de los aceros en condición de segunda laminación en frío, que representa una pequeña esfera de Wulff, donde en el interior de esta se observan combinación de componentes de textura entre un plano y dirección, representadas por puntos (polos). Los puntos de mayor intensidad de componentes de textura están representados en tonalidad roja. En la **figura 4.24 a)** se encuentra en el centro de la figura de polos el punto más intenso, correspondiente a la familia $\{111\}$. En las familias de planos $\{100\}$ y $\{110\}$ las intensidades son débiles. En la **figura 4.24 b)** al igual que en la **figura 4.24 a)** el punto de mayor intensidad se concentra en la familia $\{111\}$, justo al centro de la figura de polos. Sin embargo, a diferencia de la **figura 4.24 a)**, en las familias $\{100\}$ y $\{110\}$ hay mayor intensidad de componentes de textura. En la familia $\{110\}$ se observa un punto intenso en la dirección X.

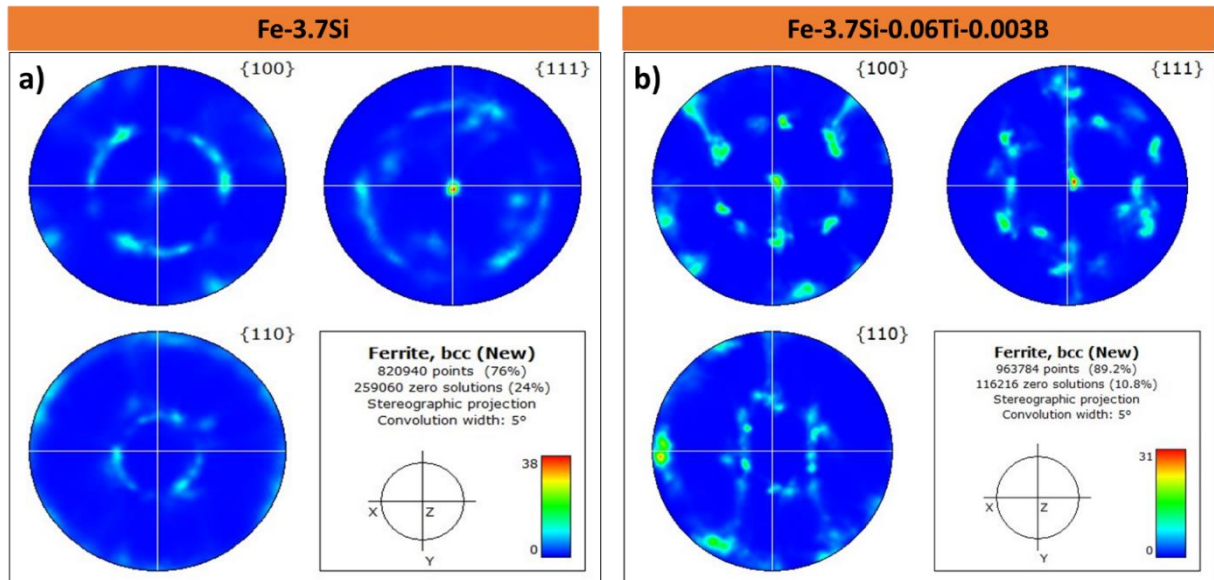


Figura 4.24. Figura de polos. a) Fe-3.7Si, b) Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.

4.5.1.3 ODF's

La **figura 4.25** ilustra la función de distribución de orientación (ODF) de los aceros en condición de segunda laminación en frío. Como se mencionó anteriormente el acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B contiene más puntos de componentes de textura. En la **figura 4.25 a)** los puntos más intensos se encuentran localizados en $\phi=55.2$, $\phi_1=22.5$, $\phi_2=45$ y $\phi=87.9$, $\phi_1=42.9$, $\phi_2=45$. Estos puntos se seleccionaron para hacer los cálculos correspondientes y determinar los índices de Miller de las componentes de textura. En la **figura 4.25 b)** los puntos de mayor intensidad se encuentran localizados en $\phi=45$, $\phi_1=87.9$, $\phi_2=5$; $\phi=45$, $\phi_1=10.22$, $\phi_2=40$ y $\phi=57.2$, $\phi_1=59.3$, $\phi_2=40$. Igualmente, que en la **figura 4.25 a)** los puntos de mayor intensidad fueron seleccionados para determinar los índices de Miller.

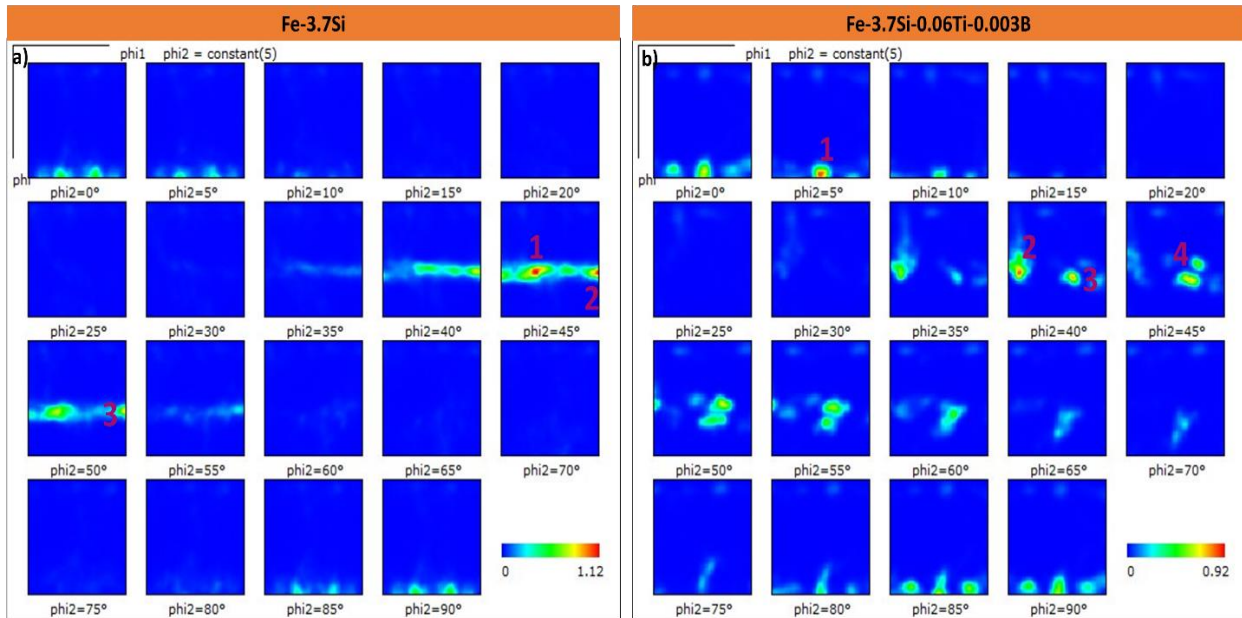


Figura 4.25. ODF. a) Fe-3.7Si, b) Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.

La **tabla 4.4** muestra los índices de Miller de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B para planos y direcciones calculados a partir de las ecuaciones señaladas en el capítulo 3. Los resultados obtenidos indican que no existen componentes de textura Goss para ninguno de los aceros. El acero Fe-3.7Si solo presenta un plano característico de las componentes de textura α y γ , este plano es el (111), donde solo φ y φ_2 coinciden con los ángulos característicos de estas texturas. En el caso del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B solo el plano (001) coincidió con el plano de la textura α , sin embargo, el ángulo φ no coincide con el ángulo de dicha textura. También se debe considerar que la cantidad de granos analizados en este estudio es mínima para la correcta fiabilidad del estudio, ya que el análisis mediante EBSD es un análisis estadístico y entre mayor cantidad de granos se analicen el resultado se vuelve más certero. En consecuencia, se puede decir que bajo esta condición no se desarrolló una textura definida.

Dorner y colaboradores [3] reportaron que en un acero eléctrico comercial en condición de laminación en frío presenta una textura con orientación (111) [112], y que además existen pequeñas áreas con orientación Goss. De acuerdo a los planos de las componentes de textura indicadas en la **tabla 4.4** de los aceros bajo estudio, algunos de estos planos coinciden con los reportados por Dorner y colaboradores.



Tabla 4.4. Ángulos de Euler e índices Miller de componentes de mayor intensidad en condición de LAM F2.

Acero Fe-3.7 Si					
Numero	φ	$\varphi1$	$\varphi2$	Plano	Dirección
1	55.22	22.5	45	(111)	$\begin{bmatrix} \bar{1} & \bar{8} & 2 \\ 1 & 5 & \bar{3} \end{bmatrix}$
2	87.95	42.95	45	(110)	$\begin{bmatrix} 1 & \bar{35} & 5 \\ 1 & 27 & \bar{3} \end{bmatrix}$
3	87.95	45	50	$\left(1 \frac{8}{9} 0\right)$	$\begin{bmatrix} 1 & 35 & 5 \\ 1 & 27 & \bar{3} \end{bmatrix}$
Acero Fe-3.7 Si-0.06Ti-0.003B					
1	45	87.97	5	(011)	$[0 \bar{1} 1]$
2	45	10.22	40	$\left(\frac{8}{9} 1 \frac{10}{7}\right)$	$\begin{bmatrix} 8 & \bar{1} & 1 \\ 9 & 1 & 6 \end{bmatrix}$
3	57.27	59.31	40	$\left(1 \frac{4}{3} 1\right)$	$\begin{bmatrix} 0 & \bar{8} & 1 \\ 0 & 9 & 1 \end{bmatrix}$
4	60.34	58.29	45	$\left(11 \frac{5}{6}\right)$	$\begin{bmatrix} 0 & \bar{8} & 1 \\ 0 & 9 & 1 \end{bmatrix}$

4.5.2 Análisis de EBSD en condición de primera y segunda recristalización

4.5.2.1 Mapas de calidad

La **figura 4.26** muestra los mapas de calidad de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de primera y segunda recristalización de la ruta 1. En las **figuras 4.26 a, c)**, se observan los mapas de calidad de recristalización primaria para el acero de referencia y el microaleado con Ti/B. En estos mapas se puede destacar que el acero Fe-3.7Si presenta una mayor cantidad de granos con orientación preferencial, mientras que en la **figura 4.26 c)** del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-



0.003B muestra menor cantidad de granos orientados. También se puede apreciar que el tamaño de grano del acero Fe-3.7Si es mayor que el acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.

Los mapas de calidad de recrystalización secundaria de los aceros estudiados se observan en las **figuras 4.26 b, d)**. Donde es evidente que en esta condición se presentan más granos orientados preferencialmente. La **figura 4.26 b)** muestra cómo después del tratamiento de recrystalización secundaria el grano creció enormemente y se orientó preferencialmente. Sin embargo, el acero que presentó mayor componente de textura cristalográfica preferencial fue el acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B, como se puede apreciar en la **figura 4.26 d)**.

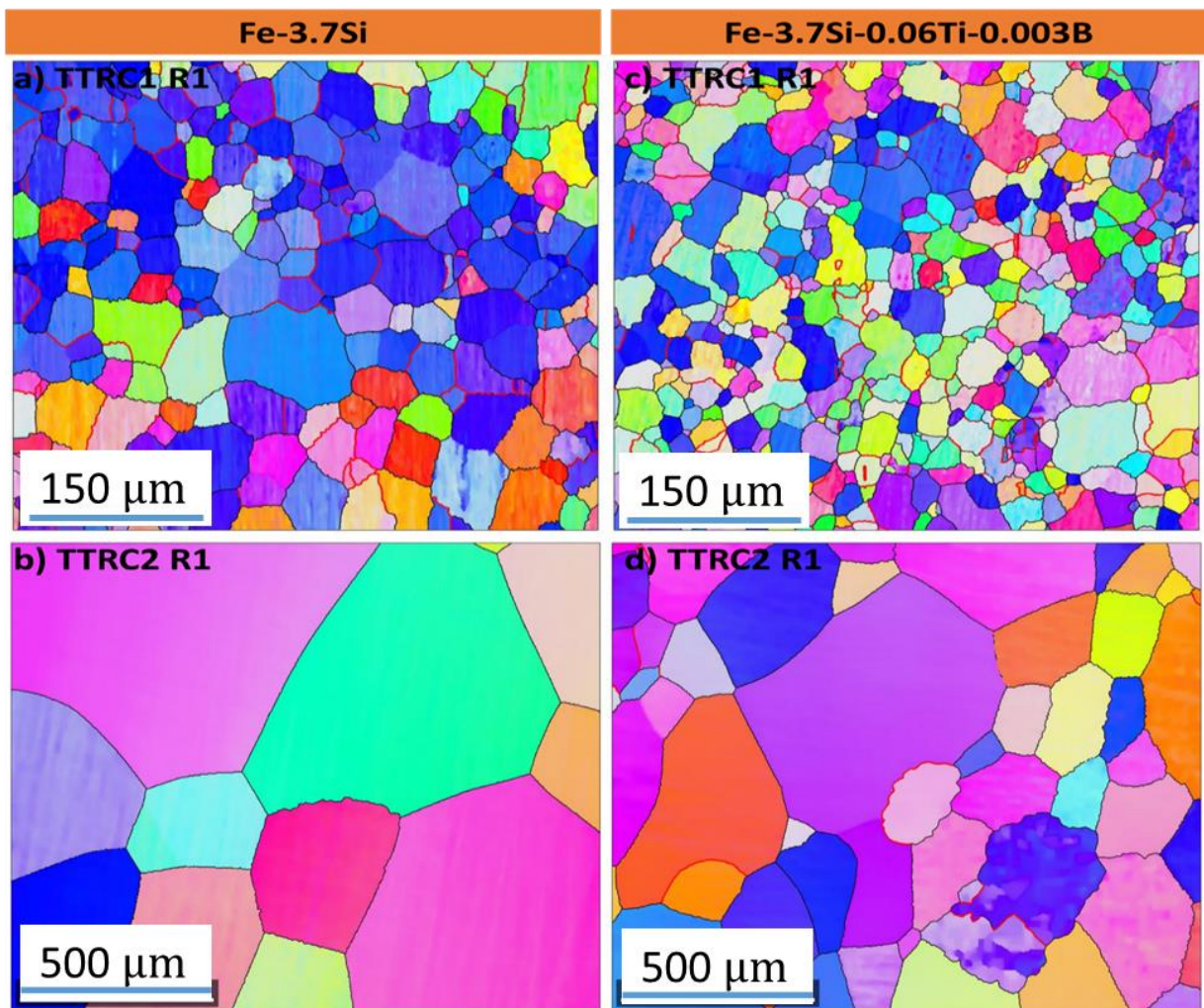


Figura 4.26. Mapas de calidad de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. a, c) Condición de recrystalización primaria, b, d) Condición de recrystalización secundaria.



Park y colaboradores [50] mencionan que la textura en condición de recristalización primaria de un acero eléctrico con 3% de silicio es una textura no homogénea, que se forma a partir de las laminaciones en caliente y frío, dando como resultado una textura aleatoria donde los granos presentan diferentes orientaciones. Por otro lado, también señalan que existe un crecimiento enorme de granos en la etapa inicial de recristalización secundaria. De acuerdo con las microestructuras mostradas en la **figura 4.26** de los aceros bajo estudio, en la condición de recristalización primaria los granos muestran tamaño de grano más fino y diferentes orientaciones, mientras que en recristalización secundaria se observan granos extremadamente crecidos con orientación más definida, lo cual concuerda con lo reportado por Park y colaboradores [50].

4.5.2.2 Figuras de polo inversas

Las **figuras 4.27 a-d)** muestran las figuras de polo inversas de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de recristalización primaria y secundaria de la ruta 1, en el que de manera más visual se observan las zonas de mayor concentración de intensidad. Las **figuras 4.27 a-b)** pertenecen a los resultados del acero Fe-3.7Si, donde se observa como la intensidad de los polos incrementó después de la recristalización secundaria. Los resultados que corresponden al acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B se observan en las **figuras 4.28 c-d)**, y se observa como los polos que se encontraban en la dirección [111] van rotando hacia la **dirección** [001].

La **figura 4.28** muestra la figura de polos con orientación de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de recristalización primaria y secundaria de la ruta 1. Las **figuras 4.28 a), c)** muestran las figuras de polos en condición de recristalización primaria, donde ambos aceros presentan mayor intensidad en la componente de textura con dirección [111]. En la **figura 4.28 a)** se observa como los polos están distribuidos entre las direcciones [111] y [001]. La **figura 4.28 c)** muestra como en el acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B los polos se encuentran distribuidos entre las direcciones [111] y [011]. Las figuras de polos de recristalización secundaria de los aceros estudiados se observan en las **figuras 4.28 b), d)**, y en ellas se aprecia que la intensidad de polos de las componentes de textura con dirección [111] disminuyó considerablemente. En la **figura 4.28 b)** los polos van cambiando hacia la componente de textura con dirección [001], no obstante, existe una pequeña intensidad de polos en la componente [011]. Por otro lado, la **figura 4.28 d)** muestra



como en el acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B la mayoría de polos van dirigiéndose a las componentes con dirección [001].

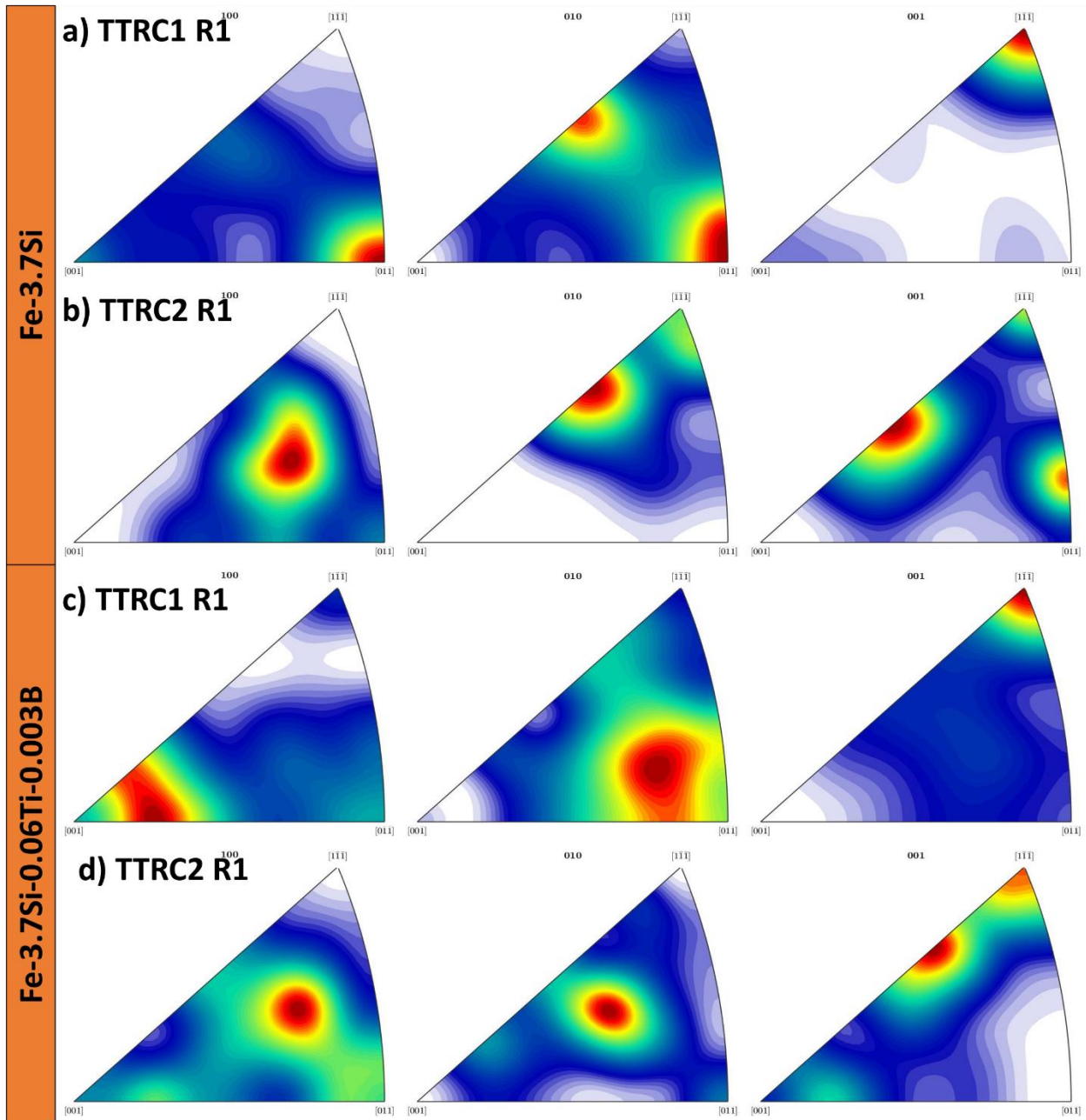


Figura 4.27. Figura de polos de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de recristalización primaria y secundaria.

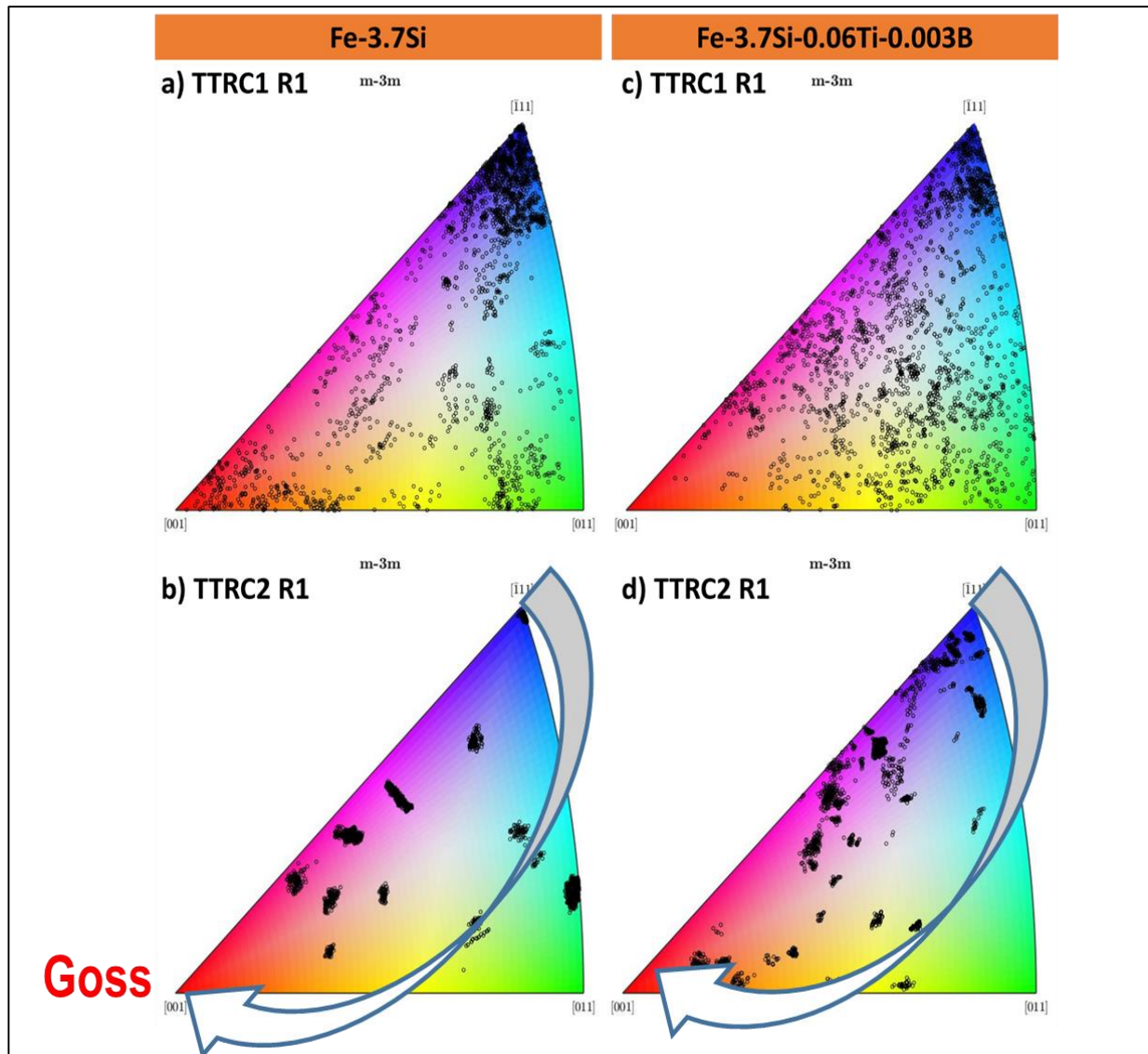


Figura 4.28. Figura de polos con orientación de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en condición de recristalización primaria y secundaria.

A pesar de que en la condición de segunda laminación en frío no se desarrollaron componentes de textura, la condición final de los aceros mostró buenos indicios que indican que la componente de textura Goss se va formando.



4.5.2.3 ODF's

La **figura 4.29** muestra la función de distribución de orientación de los aceros en condición de TTRC1 R1. Se observa que en el caso del acero de referencia este presenta orientaciones más intensas que el acero microaleado. Estas orientaciones están desde $\phi_2 = 40$ hasta $\phi_2 = 50$. Se consideraron los cuatro puntos de mayor intensidad para determinar sus índices de Miller. Estos puntos se encuentran en las coordenadas $\phi_1 = 58.1$, $\phi_1 = 4.39$, $\phi_2 = 40$, $\phi_1 = 58.1$, $\phi_1 = 64.7$, $\phi_2 = 40$, $\phi_1 = 49.8$, $\phi_1 = 60.7$, $\phi_2 = 45$ y $\phi_1 = 57.4$, $\phi_1 = 1$, $\phi_2 = 50$. Por otro lado, para el acero microaleado con Ti-B se consideraron dos puntos para calcular los índices. Los puntos calculados tuvieron coordenadas en; $\phi_1 = 59.6$, $\phi_1 = 75.9$, $\phi_2 = 45$ y $\phi_1 = 51.5$, $\phi_1 = 12$, $\phi_2 = 50$.

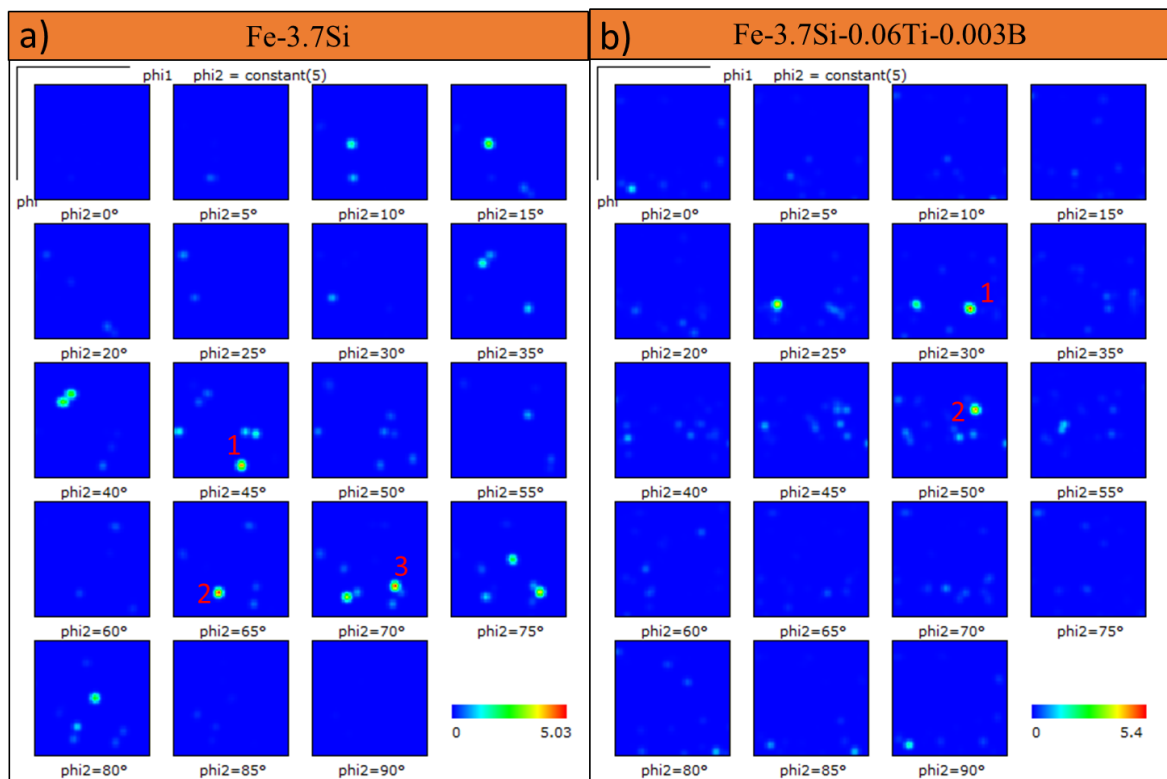


Figura 4.29. ODF's en condición de TTRC1 R1. a) Fe-3.7Si, b) Fe-3.7Si.0.06Ti-0.003B.

La **tabla 4.5** muestra los índices de Miller calculados a partir de los ángulos de Euler en la condición de TTRC1 R1. El acero de referencia en el punto 3 y 4 señalados en la **figura 4.29 a)** presenta una tendencia más cercana a las fibras α y γ . Mientras que el acero microaleado con Ti-B en el punto 1 (**figura 2.29 b)**) es más semejante a la fibra γ , ya que su plano y dirección es muy



cercano a (111) y $[\bar{1}\bar{1}2]$. Song y colaboradores [26] reportan que la textura en recristalización primaria se tiene una componente Goss débil y de mediana a alta componentes de fibras α y γ .

Tabla 4.5. Índices de Miller para planos y direcciones de componentes de textura en condición de TTRC1 R1.

Acero Fe-3.7 Si					
Número	φ	φ_1	φ_2	Plano	Dirección
1	58.1	4.39	40	$\left(\frac{5}{6} 1 \frac{3}{4}\right)$	$\left[1 \frac{8}{9} 0\right]$
2	58.17	64.75	40	$\left(\frac{5}{6} 1 \frac{3}{4}\right)$	$\left[0 \frac{8}{9} 1\right]$
3	49.87	60.72	45	$\left(1 1 \frac{3}{4}\right)$	$\left[0 \bar{1} \frac{8}{9}\right]$
4	57.46	1.08	50	$\left(\frac{3}{4} 1 1\right)$	$\left[\frac{5}{8} \bar{7} 0\right]$
Acero Fe-3.7 Si-0.06Ti-0.003B					
1	59.63	75.90	45	$\left(1 1 \frac{5}{6}\right)$	$\left[\frac{1}{3} \bar{1} 1\right]$
2	51.58	12.07	50	$\left(1 1 \frac{24}{25}\right)$	$\left[\frac{1}{3} \bar{1} 1\right]$

Por otro lado Lu y colaboradores [51] señalan que en recristalización primaria la textura de un acero eléctrico de grano orientado está caracterizada por fuertes componentes de fibra γ , con intensidades máximas en (111) [112], e intensidades intermedias en (112) [241] en los ángulos $\varphi_1=20^\circ$, $\varphi=35^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$. También mencionan que solo próximamente el 1% de la fracción de área representa a la textura Goss.

La **figura 4.30** muestra la representación de las componentes de textura en la celda unitaria en condición de recristalización primaria, comparando las texturas Goss, fibra α y γ con las componentes reportadas en la **tabla 4.4**. La **figura 4.30 a)** muestra las componentes de textura de los puntos señalados como 2 y 3 en la ODF del acero Fe-Si (**figura 4.29 a)**), donde se observa que ambas componentes de textura se acercan mucho a la componente de fibra γ , ya que sus planos y



La **figura 4.31** muestra la ODF en condición de TTRC2 R1. De acuerdo a la barra de intensidades de orientación en el acero microaleado con Ti-B, es ligeramente más alta que la del acero de referencia, lo que significa que en los puntos seleccionados en color rojo en la **figura 4.31 b)** hay mayor cantidad de granos orientados. Se observa que en este acero las componentes de textura se encuentran más agrupadas principalmente en los ángulos $\phi_2=30$ y $\phi_2=50$, señaladas con los números en rojo. Mientras que en el acero de referencia las componentes de textura están más distribuidas en toda la función de orientación. Las más intensas se encuentran en los ángulos $\phi_2=45$, $\phi_2=65$ y $\phi_2=70$.

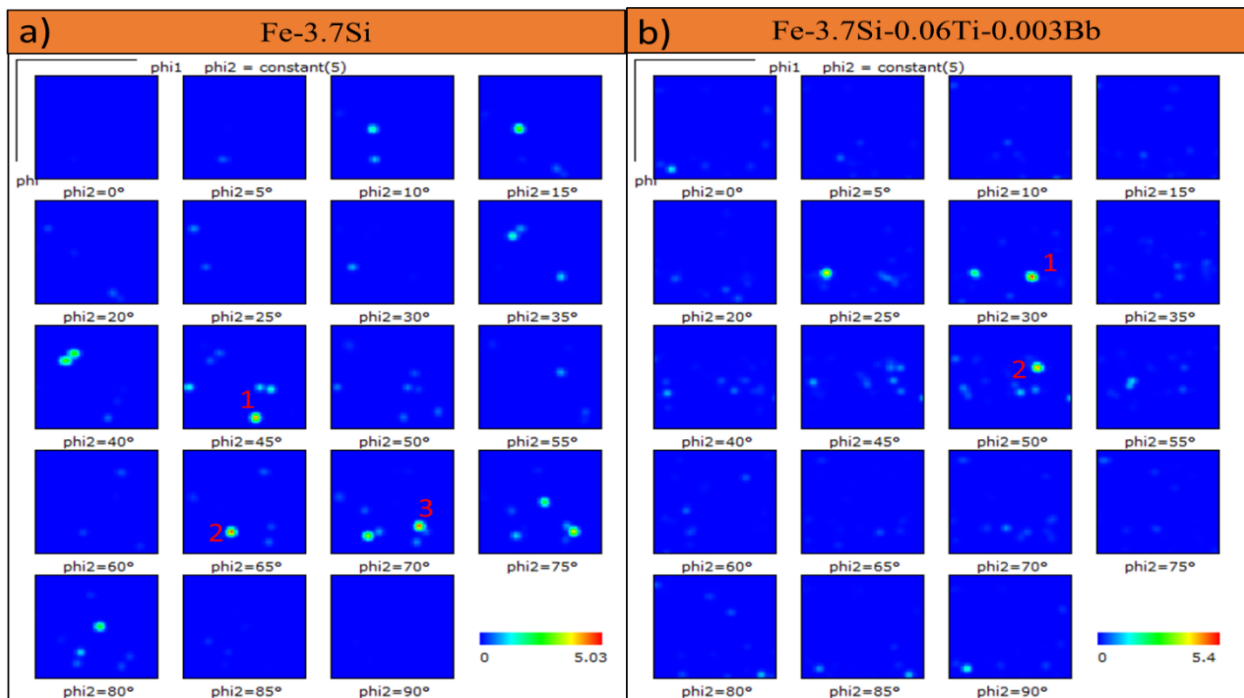


Figura 4.31. ODF's en condición de TTRC2 R1. a) Fe-3.7Si, b) Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.

La **tabla 4.6** muestra los índices de Miller calculados a partir de los ángulos de Euler en la condición de TTRC2 R1. Se observa que los índices de Miller de ambos aceros no corresponden exactamente a los de la componente de Goss, lo cual se asocia a que el tiempo de permanencia durante el tratamiento de recristalización secundaria fue corto y a una velocidad de calentamiento alta. Por lo tanto, las condiciones del tratamiento no fueron ideales para que las componentes de Goss se formarán fuertemente durante el tratamiento. Sin embargo, a pesar de que el tiempo fue



limitado el acero microaleado con Ti-B se acerca más a los ángulos de Euler correspondientes a los de la textura de Goss, ya que en el punto marcado como 1, la dirección es muy cercana a la de la textura Goss, mientras que el plano coincide más con el plano (112) de la fibra α . Esto puede apreciarse más fácilmente en la **figura 4.27** donde se observa como las componentes de textura se van moviendo hacia la dirección de Goss. Autores como Song y Liu [11, 26] han reportado rampas de calentamiento de 15°C/h y tiempos de permanencia de 20 a 30 horas, logrando así una microestructura completa de granos con orientación Goss. Por otro lado, Morishige y colaboradores [52] mencionan que en la textura de un acero eléctrico con 3% de silicio después de recristalización secundaria existen granos con orientación Goss, y otras componentes con orientación en (111) [112] que se acercan a la componente Goss. Los resultados mostrados en la **figura 4.32** indican que las componentes de textura en los aceros bajo estudio son coincidentes a las reportadas por Morishige y colaboradores.

Tabla 4.6. Índices de Miller para planos y direcciones de componentes de textura en condición de TTRC2 R1.

Acero Fe-3.7 Si					
Número	φ	$\varphi1$	$\varphi2$	Plano	Dirección
1	71.34	53.78	45	$\left(1\ 1\ \frac{1}{2}\right)$	$\left[\frac{1}{3}\ \bar{4}\ 1\right]$
2	71.56	35.18	65	$\left(\frac{7}{18}\ \frac{1}{2}\ 1\right)$	$\left[\bar{1}\ \bar{5}\ \frac{3}{10}\right]$
3	65	85.6	70	$\left(1\ \frac{7}{18}\ \frac{1}{2}\right)$	$\left[\bar{3}\ \bar{4}\ 1\right]$ $\left[\bar{4}\ \bar{9}\ \bar{9}\right]$
Acero Fe-3.7 Si-0.06Ti-0.003B					
1	66.14	60.72	30	$\left(\frac{4}{5}\ \frac{1}{2}\ 1\right)$	$\left[\frac{5}{16}\ \bar{25}\ 1\right]$
2	37.31	65.85	50	$\left(\frac{4}{5}\ 1\ \frac{1}{2}\right)$	$\left[\bar{2}\ \bar{7}\ 5\right]$ $\left[\bar{7}\ \bar{9}\ \bar{9}\right]$



4.6 Difracción de rayos-X (DRX)

La **figura 4.33** presenta los difractogramas desde la condición de colada hasta la segunda laminación en frío de los aceros a) Fe-3.7Si y b) Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. Los difractogramas revelan que la fase única en ambos aceros es la ferrita (BCC), la cual no sufrió ninguna transformación de fase debido a los tratamientos termo-mecánicos. Esto indica que la ferrita es estable bajo estos tratamientos termo-mecánicos. El pico de mayor intensidad se encuentra a 45° en relación al ángulo 2θ , que corresponde al plano cristalográfico (110). Así mismo se encontraron otros picos característicos de ferrita α , como: (200), (211), (220) y (310). La **figura 4.34** muestra los difractogramas en las condiciones de recrystalización primaria y secundaria, donde se observan los picos característicos de la ferrita. Sin embargo, en condición de recrystalización primaria y secundaria del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B y recrystalización secundaria del acero Fe-3.7Si se observa la presencia de dos picos que no coinciden con los picos de ferrita. Estos picos se encuentran a 55° y 78° . Se tratan de óxidos de silicio, hierro y titanio los cuales se habrían formado durante los tratamientos térmicos realizados en horno sin protección de atmósfera.

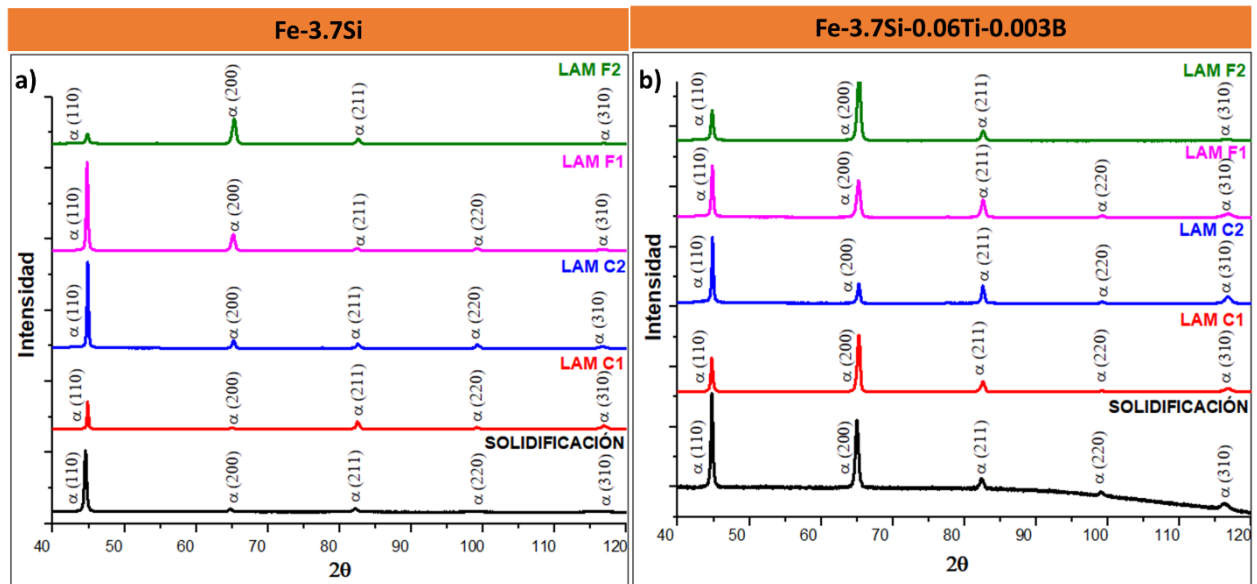


Figura 4.33. Difractogramas en condición de solidificación y laminación en caliente y frío.

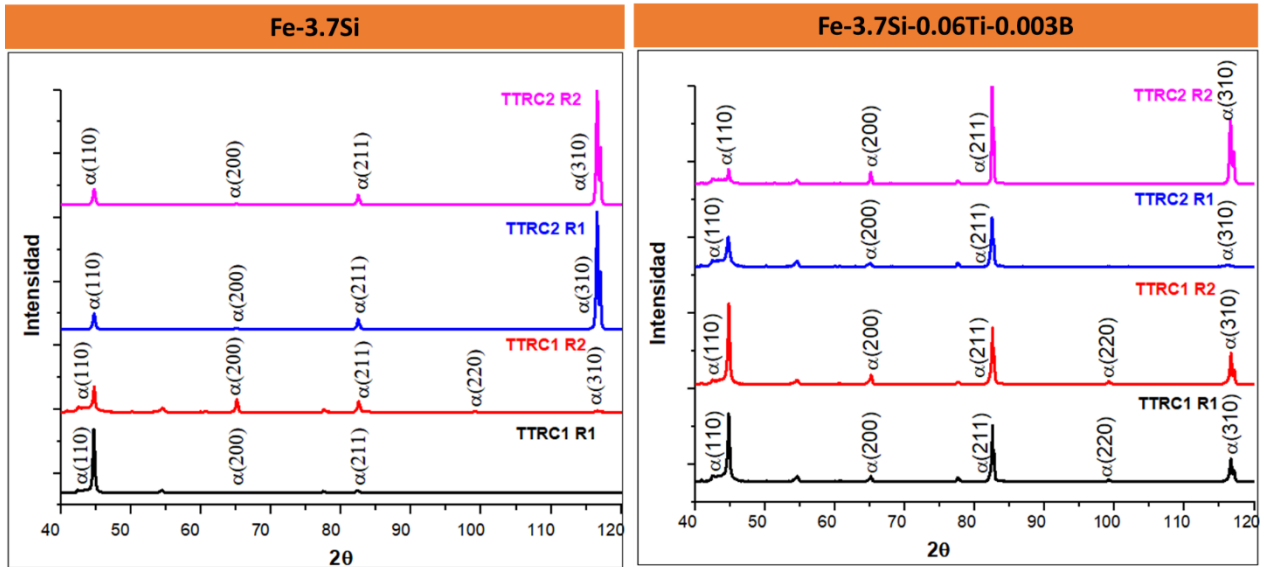


Figura 4.34. Difractogramas en condición de recristalización primaria y secundaria.

En estudios de aceros al silicio de grano orientado como el de Lu y colaboradores [51] también reportan como fase única la ferrita. Los parámetros que utilizaron fue un tipo de barrido 2θ , con inicio a 35° y final 90° . Los difractogramas que obtuvieron mostraron picos muy próximos a los ángulos 45° y plano (110), 65° y plano (200), 85° y plano (211), tal como en los aceros eléctricos bajo estudio.

La tabla 4.7 muestra los parámetros de red de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B, así como también el parámetro de red del Fe puro. De acuerdo a estos resultados se destaca que la red cristalina de los aceros estudiados no sufrió una distorsión significativa debido a la presencia del silicio, y en el caso de acero microaleado a la presencia de Ti/B, comparándola con el parámetro de red del Fe puro.

Tabla 4.7. Parámetros de red.

Material	Parámetro de red (a)
Fe puro	2.86
Fe-3.7Si	2.87
Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B	2.86



4.7 Microdureza Vickers

La **figura 4.35** muestra la dureza promedio de los aceros eléctricos bajo estudio en todas las condiciones. Se observa que es muy similar el comportamiento mecánico de ambos aceros. El valor más alto de dureza HV se tiene en la condición de segunda laminación en frío con una dureza de 362 HV para el acero Fe-3.7Si y 353 HV para el acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. En esta condición el acero se encuentra altamente deformado, con una gran cantidad de esfuerzos residuales y densidad de dislocaciones, provocando el aumento en la resistencia de los aceros. Sin embargo, justo después de la segunda deformación en frío, se observa una caída de la dureza, la cual se atribuye a que en el tratamiento de recristalización primaria hubo una gran cantidad de energía liberada y eliminación de dislocaciones debido a las altas temperaturas del tratamiento, ocasionando que la resistencia del material disminuyera. En esta condición tomando como referencia la ruta 1 el acero Fe-3.7Si presentó una dureza de 178 HV, y el acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B de 174 HV. Hasta esta etapa la adición de Ti/B en el acero microaleado no generó efectos significativos de dureza con respecto al acero Fe-3.7Si. También se observa que la ruta 1 del tratamiento de recristalización primaria tuvo menor dureza que la ruta 2, si bien la ruta 1 contenía mayor cantidad de esfuerzos residuales y densidad de dislocaciones debido a su mayor porcentaje de deformación que la ruta 2, la cual presentaba menor porcentaje de deformación ya que en esta condición solo se llevó a cabo una laminación en frío, y por lo tanto la liberación de esfuerzos residuales durante el tratamiento a alta temperatura fue mayor en la ruta 1.

Es importante resaltar que a pesar de que en el tratamiento de recristalización primaria el tamaño de grano promedio de los aceros fue de aproximadamente 28 μm , la dureza de esta condición no fue mayor a la dureza en la condición de segunda laminación en frío. Por lo tanto, el valor de dureza se ve más afectado por la cantidad de esfuerzos residuales y densidad de dislocaciones que por el refinamiento de grano.

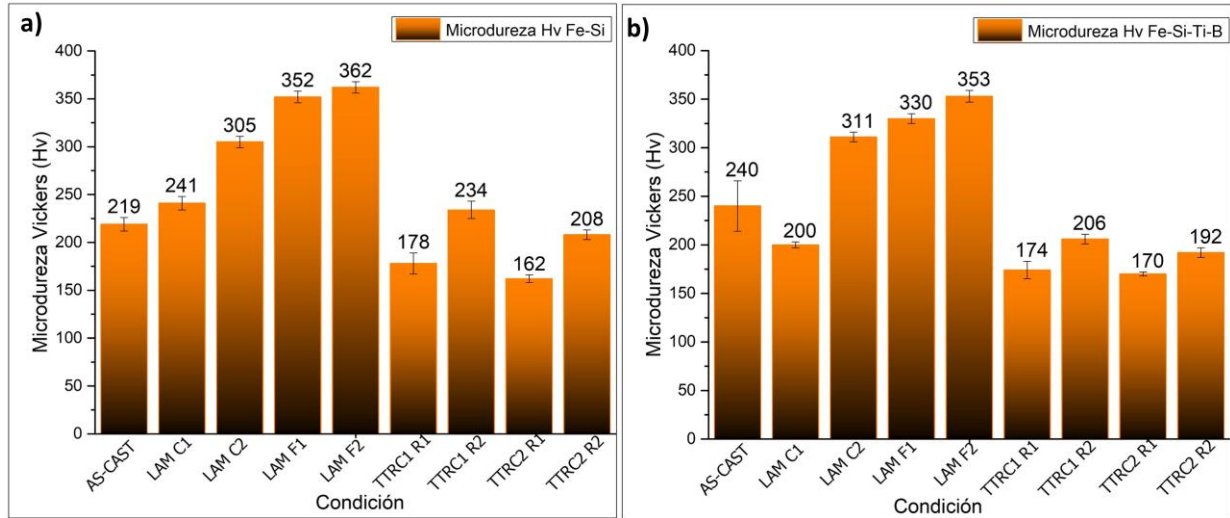


Figura 4.35. Perfil de microdureza Vickers. a) Fe-3.7Si, b) Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B.

Los resultados obtenidos indican que los aceros estudiados presentan una dureza similar a la de aceros eléctricos comerciales cuyo valor está entre 180 HV [17].

4.8 Potencial termoeléctrico

La figura 4.36 muestra el gráfico de potencial termoeléctrico de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B en las condiciones de solidificación y primera laminación en caliente. Se observa que el valor negativo máximo absoluto de diferencial de potencial termoeléctrico se tiene en la condición de primera laminación en caliente. Dicho de otra manera, se tiene un mayor trabajo por unidad de carga ejercida por el campo eléctrico sobre una partícula cargada para moverla entre las dos posiciones de las puntas. Este incremento de potencial se adjudica a que bajo esta condición el material presenta deformación plástica y los granos se encuentran orientados a una sola dirección, por lo que se facilita el movimiento de los electrones. Debido a los microaleantes del acero Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B el valor de potencial es más positivo, ya que estos microaleantes precipitan formando Ti (C, N) lo que dificulta el movimiento de los electrones.

Undurraga [53] realizó una tabla comparativa con valores de resistividad eléctrica, conductividad eléctrica y coeficientes de Seebeck en distintos materiales, observando que cuanto mayor es el coeficiente de Seebeck, la conductividad eléctrica es menor. El coeficiente de Seebeck relaciona la caída de voltaje que se genera cuando los materiales son calentados a diferentes temperaturas, lo



cual está relacionado con el potencial termoeléctrico. De acuerdo al análisis de Uurruga, la conductividad eléctrica en la condición de laminación en caliente es mayor que la conductividad en la condición de solidificación.

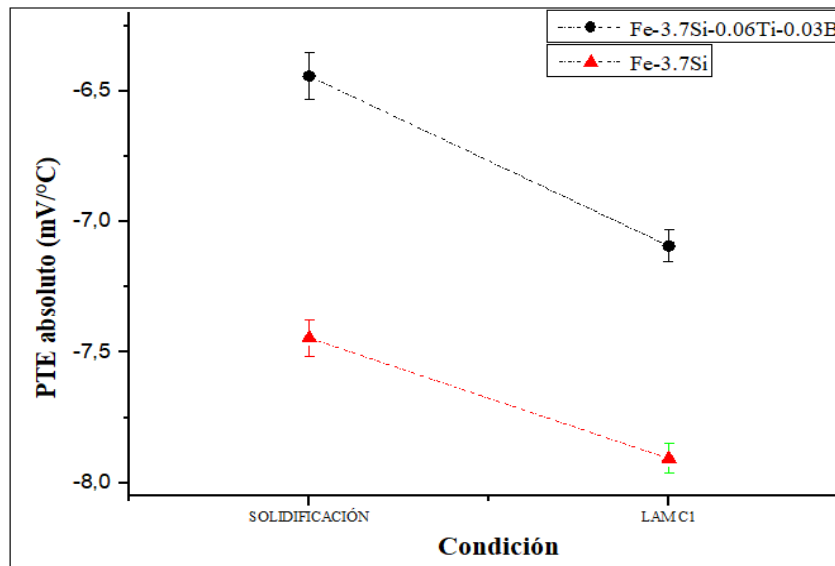


Figura 4.36. Potencial termoeléctrico.

4.9 Medición de resistividad eléctrica por el método de cuatro puntas

Las **figuras 4.37-4.38** muestran los gráficos de resistencia eléctrica en condición de tratamiento de recristalización primaria y secundaria, donde se observa que ambas presentan un comportamiento lineal. Este comportamiento se puede explicar mediante la ley de Ohm, la cual dice que la relación V/I tiene un factor de proporcionalidad que es representado como la resistencia eléctrica.

En la **figura 4.37** se observa que en condición de recristalización primaria el acero microaleado con Ti/B obtuvo un voltaje superior a los 2.4×10^{-4} V utilizando una corriente de 0.5 A, mientras que el acero de referencia a esta misma corriente tuvo un voltaje menor de 2.0×10^{-4} V. Sin embargo, de acuerdo al valor de resistividad más bajo, el acero de referencia tiene mayor conductividad eléctrica que el acero microaleado con Ti/B. Comparando estos resultados con los de EBSD en condición de recristalización primaria el acero de referencia presenta mayores componentes de textura agrupadas en una dirección en particular, y como se sabe las propiedades eléctricas son anisotrópicas, por lo que la dirección de estas componentes es favorable para el aumento de la



conductividad eléctrica. Mientras que el acero microaleado con Ti/B presenta componentes más distribuidas provocando que sus propiedades eléctricas varíen de acuerdo a la dirección de todas las componentes de textura.

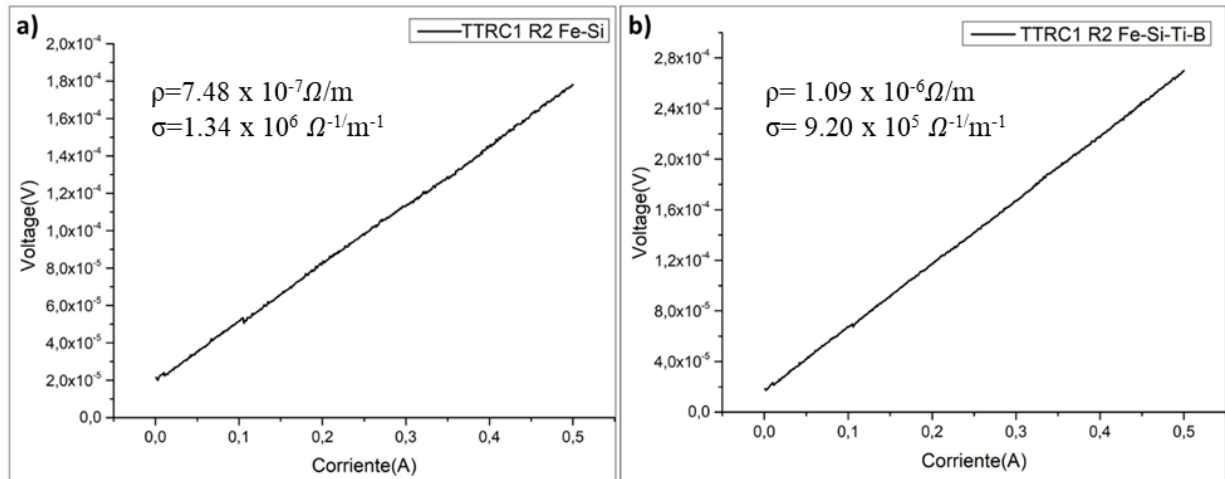


Figura 4.37. Resistencia en condición de TTRC1 R2 donde ρ es la resistividad eléctrica y σ es la conductividad eléctrica. a) Acero Fe-Si, b) Acero Fe-Si-Ti-B.

La **figura 4.38** presenta los valores de resistividad y conductividad en condición de recristalización secundaria de la ruta 1. Los resultados indican que el acero microaleado con Ti/B tiene mayor conductividad que el acero de referencia. De acuerdo a los resultados de EBSD en esta condición el acero microaleado presenta más componentes de textura que van orientándose hacia la dirección Goss, por lo que es evidente que en esta condición se tenga una conductividad más alta en el acero microaleado con Ti/B que en el acero de referencia.

Al respecto Littman y colaboradores [23] reportaron que la resistividad de un acero eléctrico con 3.5% de Si es de $5.5 \times 10^{-7} \Omega/\text{m}$. El valor reportado por Littman es inferior a los valores de resistividad eléctrica determinados en la condición recristalización secundaria de los aceros Fe-3.7Si y Fe-3.7Si-0.06Ti-0.003B. Por lo cual la conductividad eléctrica de los aceros bajo estudio es menor a la conductividad reportada por Littman. Es importante mencionar que los aceros bajo estudio aún no desarrollan una textura Goss completa, y de acuerdo a los ensayos de EBSD los granos analizados fueron pocos, por lo que es recomendable llevar a cabo un análisis con más granos para tener una representación más alta.

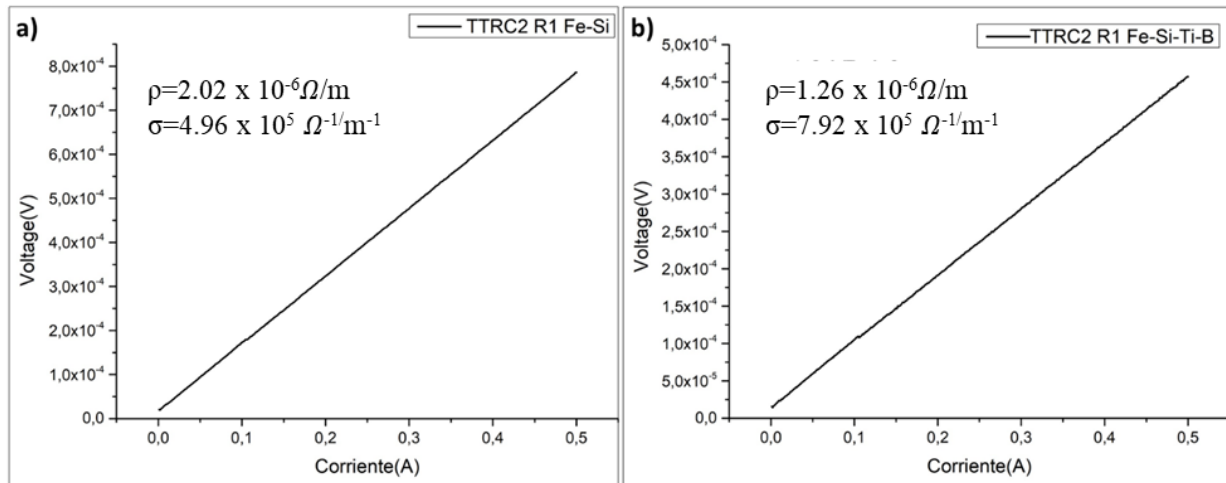


Figura 4.38. Resistencia en condición de TTRC2 R1, donde ρ es la resistividad eléctrica y σ es la conductividad eléctrica. a) Acero Fe-Si, b) Acero Fe-Si-Ti-B



CAPÍTULO V. CONCLUSIONES

1. Los diagramas de fase calculados mediante JMatPro® v 9.1.2 indican que la fase predominante en los aceros eléctricos bajo estudio es ferrita- α (BCC), con presencia de precipitados como AlN, MnS en el acero de referencia, y además Ti (C, N), TiB₃C₂ y Ti₄C₂S₂ en el acero microaleado. Asimismo, las predicciones del programa JMatPro® v 9.1.2 de propiedades eléctricas y magnéticas a temperatura ambiente mostraron valores de conductividad de $2.15 \times 10^6 \Omega^{-1}/m^{-1}$, resistividad de $0.5 \times 10^{-6} \Omega/m$, y permeabilidad magnética de $335 \times 10^6 T \cdot m/ A$.
2. La caracterización por microscopía óptica (LOM) revela que en condición de solidificación los aceros no presentan una microestructura dendrítica, sino de granos burdos equiaxiales de ferrita. En condición de laminación en caliente los aceros presentan estructuras de collar alrededor de granos deformados en dirección de laminación. También se tuvo presencia de recristalización dinámica. En condición de laminación en frío los granos presentaron una gran cantidad de sub-estructuras. En condición de recristalización primaria se logró obtener una recristalización completa con granos finos de aproximadamente 30 μm . En condición de recristalización secundaria, se tuvo un crecimiento de grano considerable, donde el efecto de los microaleantes de Ti/B fue más apreciable.
3. Los resultados obtenidos mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) señalan la presencia de precipitados de AlN y MnS en todas las condiciones para ambos aceros. También se encontraron precipitados de Ti (C, N) y partículas complejas de boro en el acero microaleado con Ti/B.
4. El análisis de EBSD en condición de segunda laminación en frío presenta componentes de textura débiles. En condición de recristalización primaria empieza a formarse una componente de textura con dirección [111], las cuales son muy cercanas a las fibras α y γ . En la condición de recristalización secundaria la componente de textura Goss (110) <001> tiende a desarrollarse más fuertemente, particularmente en el acero microaleado con Ti/B.



5. Los ensayos de difracción de rayos-X (DRX) indican que la fase principal en los aceros bajo estudio es la ferrita, y se mantiene invariable. Así mismo no se tuvo una distorsión en el parámetro de red del Fe debido a la presencia del Si y/o Ti/B. En las condiciones de recristalización primaria y secundaria se encontraron picos de baja intensidad característicos de óxidos de hierro, silicio y titanio.
6. En condición de solidificación la dureza del acero microaleado con Ti/B fue mayor que la del acero de referencia. En condición de segunda laminación en frío los dos aceros muestran su valor más elevado de dureza. Sin embargo, la dureza de ambos aceros decae después del tratamiento de recristalización primaria debido a la liberación de esfuerzos. En general el efecto que tuvo el Ti/B en los valores de dureza de todas las condiciones no fue significativo.
7. Los ensayos de potencial termoeléctrico revelaron que los aceros eléctricos bajo estudio son muy sensibles a cambios microestructurales. En general, el potencial es más alto en el acero microaleado con Ti/B y en la condición de solidificación.
8. Mediante los ensayos de cuatro puntas fue posible determinar la resistividad y conductividad de los aceros. En condición de recristalización primaria el acero de referencia presentó mejores resultados teniendo una resistividad de $7.48 \times 10^{-7} \Omega/\text{m}$ y una conductividad de $1.34 \times 10^6 \Omega^{-1}/\text{m}^{-1}$. En cambio, para la condición de recristalización secundaria el acero microaleados con Ti-B mostró mejores resultados con una resistividad de $1.26 \times 10^{-6} \Omega^{-1}/\text{m}^{-1}$ y una conductividad de $7.92 \times 10^5 \Omega^{-1}/\text{m}^{-1}$.



RECOMENDACIONES PARA TRABAJO A FUTURO

1. Realizar ensayos de corrientes de Eddy para comparar la conductividad eléctrica de los aceros bajo estudio.
2. Determinar las curvas de histéresis por medio de un magnetómetro.
3. Determinar valores experimentales de permeabilidad magnética.



BIBLIOGRAFÍA

- [1] Bemmer V L. *The Properties of Electrical Steels and Their Coatings* **Doctoral Thesis** Department of Chemistry Cardiff University Cardiff, Gales 2013.
- [2] Feng Y, Li Y, Guo J, Li J, Du T. *Effect of slab reheating temperature on recrystallization microstructure, texture and magnetic properties of Nb-containing grain-oriented silicon steel.* **Journal of Magnetism and Magnetic Materials.** 439, 135-143, 2017.
- [3] Dorner D, Zaefferer S, Lahn L, Raabe D. *Overview of microstructure and microtexture development in grain-oriented silicon steel.* **Journal of Magnetism and Magnetic Materials.** 304 (2), 183-186, 2006.
- [4] Pan H, Zhang Z, Xie J. *Preparation of High Silicon Electrical Steel Sheets with Strong {100} Recrystallization Texture by the Texture Inheritance of Initial Columnar Grains.* **Metallurgical and Materials Transactions A.** (47), 2277-2285, 2016.
- [5] Salinas-Beltrán J, Salinas-Rodríguez A, Gutiérrez-Castañeda E, Deaquino Lara R. *Effects of processing conditions on the final microstructure and magnetic properties in non-oriented electrical steels.* **Journal of Magnetism and Magnetic Materials.** 406, 159-165, 2016.
- [6] Ushigami Y, Masui H, Okazaki Y, Suga Y, Takahashi N. *Development of low-loss grain-oriented silicon steel.* **Journal of materials engineering and performance.** 5 (3), 310-315, 1996.
- [7] Wiener G W. *Metallurgy of oriented silicon steels.* **Journal of Applied Physics.** 35 (3), 856-860, 1964.
- [8] Plonus M A. *Electromagnetismo aplicado.* Barcelona. Reverte, 1994.
- [9] Honma K, Nozawa T, Kobayashi H, Shimoyama Y, Tachino I, Miyoshi K. *Development of non-oriented and grain-oriented silicon steel.* **IEEE Transactions on Magnetics.** 21 (5), 1903-1908, 1985.
- [10] Moses A. *Electrical steels: past, present and future developments.* **IEE Proceedings A-Physical Science, Measurement and Instrumentation, Management and Education.** 137 (5), 233-245, 1990.
- [11] Liu H, Yao S, Sun Y, Gao F, Song H, Liu G, Li L, Geng D, Liu Z, Wang G. *Evolution of microstructure, texture and inhibitor along the processing route for grain-oriented electrical steels using strip casting.* **Materials Characterization.** 106, 273-282, 2015.
- [12] Rodríguez-Calvillo P, Houbaert Y, Petrov R, Kestens L, Colás R. *High temperature deformation of silicon steel.* **Materials Chemistry and Physics.** 136 (2), 710-719, 2012.



- [13] Song H, Liu H, Lu H, An L, Zhang B, Liu W, Cao G, Cheng G, Liu Z, Wang G. *Fabrication of grain-oriented silicon steel by a novel way: Strip casting process*. **Materials Letters**. 137, 475-478, 2014.
- [14] Wang Y, Fang F, Lu X, Zhang Y X, Xu Y B, Cao G M, Li C G, Misra R D K, Wang G D. *A Comparative Study of Microstructure and Texture Evolution in Cu-Bearing and Nb-Bearing Grain Oriented Silicon Steels*. **Steel Research International**. 88 (3), 1600181, 2017.
- [15] Wang Y, Zhang Y, Lu X, Fang F, Cao G, Li C, Xu Y, Misra R, Wang G. *Effect of Hot Rolling on Texture, Precipitation, and Magnetic Properties of Strip-Cast Grain-Oriented Silicon Steel*. **Steel Research International**. 87 (12), 1601-1608, 2016.
- [16] Shimanaka H, Ito Y, Matsumara K, Fukuda B. *Recent development of non-oriented electrical steel sheets*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 26 (1-3), 57-64, 1982.
- [17] Electrical steel
http://www.posco.com/homepage/docs/eng5/dn/company/product/e_electrical_pdf_2011.pdf, (2011).
- [18] AK Steel CARLITE grain oriented electrical steels
https://www.aksteel.eu/files/downloads/AK_CARLITE_GOES_BV_060412.pdf, (2012).
- [19] AK-Steel TRAN-CORE grain oriented electrical steel
https://www.aksteel.eu/files/downloads/TRANCOR_H_%20Grain_Oriented_Electrical_Steel.pdf, (2012).
- [20] Hummel R E. *Understanding materials science: history, properties, applications*. Springer Science & Business Media. 2004.
- [21] Xia Z, Kang Y, Wang Q. *Developments in the production of grain-oriented electrical steel*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 320 (23), 3229-3233, 2008.
- [22] Arai K, Ishiyama K. *Recent developments of new soft magnetic materials*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 133 (1-3), 233-237, 1994.
- [23] Littmann M. *Iron and silicon-iron alloys*. **IEEE Transactions on Magnetics**. 7 (1), 48-60, 1971.
- [24] Ohnuma I, Abe S, Shimenouch S, Omori T, Kainum R, Ishida K. *Experimental and thermodynamic studies of the Fe-Si binary system*. **ISIJ International**. 52, 540-548, 2011.
- [25] Jenkins K, Lindenmo M. *Precipitates in electrical steels*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 320 (20), 2423-2429, 2008.



- [26] Song H-Y, Liu H-T, Jonas J J, Wang G-D. *Effect of primary recrystallization microstructure on abnormal growth of Goss grains in a twin-roll cast grain-oriented electrical steel.* **Materials & Design.** 131, 167-176, 2017.
- [27] Cullity B D, Graham C D. *Introduction to magnetic materials.* John Wiley & Sons. 2011.
- [28] Silva Franco D. *Laminación en caliente y en frío de aceros al silicio para aplicaciones eléctricas.* **Tesis de Maestría** Universidad Autónoma de Nuevo León, 2012.
- [29] Nakayama T, Honjou N, Minaga T, Yashiki H. *Effects of manganese and sulfur contents and slab reheating temperatures on the magnetic properties of non-oriented semi-processed electrical steel sheet.* **Journal of Magnetism and Magnetic Materials.** 234 (1), 55-61, 2001.
- [30] Nakayama T, Tanaka T. *Effects of titanium on magnetic properties of semi-processed non-oriented electrical steel sheet.* **Journal of Materials science.** 32 (1), 1055-1059, 1997.
- [31] Kim K, Pan L, Lin J, Wang Y, Lin Z, Chen G. *The effect of boron content on the processing for Fe-6.5 wt% Si electrical steel sheets.* **Journal of Magnetism and Magnetic Materials.** 277 (3), 331-336, 2004.
- [32] Fu H, Zhang Z, Wu X, Xie J. *Effects of boron on microstructure and mechanical properties of Fe-6.5 wt.% Si alloy fabricated by directional solidification.* **Intermetallics.** 35, 67-72, 2013.
- [33] Fang F, Zhang Y, Lu X, Wang Y, Cao G, Yuan G, Xu Y, Wang G, Misra R. *Inhibitor induced secondary recrystallization in thin-gauge grain oriented silicon steel with high permeability.* **Materials & Design.** 105, 398-403, 2016.
- [34] Feng Y, Guo J, Li J, Ning J. *Effect of Nb on solution and precipitation of inhibitors in grain-oriented.* **Journal of Magnetism and Magnetic Materials.** 426, 89-94, 2017.
- [35] Suwas S, Gurao N P. *Crystallographic texture in Materials.* **Journal of the Indian Institute of Science.** 88 (2), 151-177, 2008.
- [36] Gheorghies C, Doniga A. *Evolution of Texture in Grain Oriented Silicon Steels.* **Journal of Iron and Steel Research, International.** 16 (4), 78-83, 2009.
- [37] Electrical steels - Iron-Silicon Transformer Steels <http://www.dierk-raabe.com/electrical-steels-fe-3-si/>, (2018).
- [38] Serenelli M, Bertinetti M, Signorelli J. *Estudio micromecánico de la formabilidad de chapas de acero el análisis factorial como herramienta de post-proceso.* **Revista Iberoamericana de Ingeniería Mecánica.** 18 (1), 75, 2014.



- [39] Chang S. *Texture change from primary to secondary recrystallization by hot-band normalizing in grain-oriented silicon steels*. **Materials Science and Engineering: A**. 452, 93-98, 2007.
- [40] Ubhi H S, Jiang H. *Study of Micro-texture during Recovery and Recrystallisation in Folded bcc and fcc Sheet Samples*. **Materials Science Forum**. 702, 667-670, 2012.
- [41] Standard A. *E384-11E1: Standard test method for Knoop and Vickers hardness of materials*. **ASTM International, West Conshohocken, PA**. 2007.
- [42] Carreón H. *The effect of thermal aging on the strength and the thermoelectric power of the Ti-6Al-4V alloy*. **Physical Mesomechanics**. 20 (4), 2017.
- [43] Seebeck coefficient <https://www.linseis.com/en/properties/seebeck-coefficient/>, (2020).
- [44] Santoveña C.B. *Caracterización por medio de técnicas no destructivas de nanopartículas precipitadas en una aleación Ti-6Al-4V tratada térmicamente por envejecimiento*. . **Tesis de Maestría** UMSNH, Morelia, Michoacan. 2013.
- [45] Four-Point Probe Manual <http://four-point-probes.com/four-point-probe-manual/>, (1994).
- [46] Verbeken K, Schneider J, Verstraete J, Hermann H, Houbaert Y. *Effect of hot and cold rolling on grain size and texture in Fe-2.4 wt% Si strips*. **IEEE Transactions on Magnetics**. 44 (11), 3820-3823, 2008.
- [47] Sellars C, Whiteman J. *Recrystallization and grain growth in hot rolling*. **Metal Science**. 13 (3-4), 187-194, 1979.
- [48] Pan H, Xiang L, Qiu S. *Effects of grain boundary on {100} recrystallization texture of high silicon electrical steel*. **Metals and Materials International**. 24 (1), 221-230, 2018.
- [49] Reed-Hill R E, Abbaschian R, Abbaschian R. *Physical metallurgy principles*. Van Nostrand New York. 1973.
- [50] Park H, Kang J, Park C, Han C, Hwang N. *Pancake-shaped growth of abnormally-growing Goss grains in Fe-3% Si steel approached by solid-state wetting*. **Materials Science and Engineering: A**. 528 (7-8), 3228-3231, 2011.
- [51] Lu X, Xu Y, Fang F, Zhang Y, Wang Y, Jiao H, Cao G, Li C, Wang G. *Microstructure, texture and precipitate of grain-oriented 4.5 wt% Si steel by strip casting*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. 404, 230-237, 2016.



- [52] Morishige N, Murakami K, Homma H. *Influence of Localized Primary Recrystallization Texture on Secondary Recrystallized Grains in Fe-3% Si*. **Materials science forum**.558, 771-776, 2007.
- [53] Undurraga Almaraz A. *Viabilidad de los materiales termoelectricos*. **Tesis de Maestría**. Universidad de Barcelona, 2014.