



**Universidad Autónoma de San Luis Potosí**  
**Facultad de Ingeniería**  
**Centro de Investigación y Estudios de Posgrado**

**Efecto de la deformación plástica y del recocido intercrítico sobre  
la inhibición del crecimiento de grano columnar en aceros  
eléctricos no orientados**

**T E S I S**

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

Presenta:

Ing. María Guadalupe Hernández Miranda

Asesor: Dr. Emmanuel José Gutiérrez Castañeda

Coasesor: Dr. Jorge García Rocha

San Luis Potosí, S.L.P

Febrero 2017





Efecto de la deformación plástica y del recocido intercrítico sobre la inhibición del crecimiento de grano columnar en aceros eléctricos no orientados by María Guadalupe Hernández Miranda is licensed under a [Creative Commons Reconocimiento-NoComercial-SinObraDerivada 4.0 Internacional License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

## RESUMEN

El crecimiento de grano columnar es un método eficiente para mejorar el comportamiento magnético de estos aceros eléctricos no orientados.

Recientemente, se reportó una ruta de procesamiento alterna para la fabricación de estos aceros. A diferencia de la ruta de procesamiento convencional, el acero laminado en caliente, es sometido a un recocido intercrítico antes del proceso de laminación en frío. Se observó que durante el recocido en la región bifásica, el crecimiento columnar es promovido debido a una intensa decarburación la cual induce la transformación isotérmica  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$ .

Desafortunadamente, después del proceso de laminación en frío y recocido intercrítico subsecuente, no se obtuvo la microestructura columnar. Sin embargo, el desarrollo de granos columnares antes del proceso de laminación en frío permitió una reducción en las pérdidas de energía del producto final de 37% y una reducción en el tiempo de procesamiento de más de 12h a menos de 3h.

Desde el punto de vista científico y tecnológico, la reducción en las pérdidas de energía y en el tiempo de procesamiento representan una gran motivación para investigar los factores que inhiben el crecimiento de grano columnar después del proceso de laminación en frío y el recocido subsecuente. El conocimiento de dichos factores permitirá establecer las condiciones de procesamiento óptimas que permitan su desarrollo y de esta manera optimizar el comportamiento magnético de estos aceros.

En el presente trabajo de investigación se estudiaron los efectos de la deformación plástica y del recocido intercrítico sobre los factores que inhiben el crecimiento de grano columnar en aceros eléctricos no orientados.

## ABSTRACT

Columnar grain growth in non oriented electrical steels is an efficient method to optimize the magnetic behavior of these steels.

Recently, it was reported an alternative processing route for the manufacture of non oriented electrical steels. The main difference between the conventional and the alternative processing route, is the annealing of the hot-band prior to cold-rolling. It was observed that annealing in the two phase field region favors columnar grain growth due to an intense decarburization which in turns induces the isothermal  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$  transformation. Unfortunately, after cold rolling and subsequent intercritical annealing, the columnar grain growth was inhibited. Eventhough the columnar microstructure was not obtained in the final product, the development of columnar grains during the hot-band annealing, allowed a reduction of the energy losses in the final product of about 37%, and a reduction in the processing time from more than 12 h to less than 3 h.

From the scientific and technological point of view, the reduction in both the energy losses and the processing time represent a great motivation to investigate the factors that inhibit the columnar grain growth after cold-rolling and subsequent annealing. From the knowledge of these factors, it will be possible to establish the optimum processing conditions to promote the columnar grain growth and optimize the magnetic behavior of these steels.

In the present research, there were studied the effects of plastic deformation and annealing in the two phase field region on the factors that inhibit the columnar grain growth in non oriented electrical steels.

## CONTENIDO

RESUMEN .....	i
ABSTRACT .....	ii
CONTENIDO .....	iii
ÍNDICE DE TABLAS .....	vi
ÍNDICE DE FIGURAS .....	vii
SIMBOLOGÍA Y ABREVIATURAS .....	xii
INTRODUCCIÓN .....	1
JUSTIFICACIÓN .....	4
OBJETIVO.....	5
OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	6
CAPÍTULO I. PROCESAMIENTO CONVENCIONAL DE ACEROS ELÉCTRICOS NO ORIENTADOS Y MÉTODOS ALTERNATIVOS PARA PROMOVER EL CRECIMIENTO COLUMNAR DE GRANOS DE FERRITA .....	7
I.1. Ruta de procesamiento típica para la fabricación de aceros eléctricos de grano no orientado de bajo carbono .....	7
I.2. Factores que favorecen el crecimiento de grano columnar en aceros eléctricos de grano no orientado.....	9
I.2.1. Crecimiento de grano columnar debido a la existencia de un gradiente de energía almacenada .....	9
I.2.2. Crecimiento de grano columnar debido a la existencia de un gradiente térmico .....	14
I.2.3. Crecimiento columnar durante la transformación de fase $\gamma$ -fe $\rightarrow$ $\alpha$ -fe inducida por decarburación .....	18

I.2.4. Crecimiento columnar durante el recocido intercrítico de aceros eléctricos laminados en caliente.....	22
--	----

CAPÍTULO II. METODOLOGÍA EMPLEADA PARA INVESTIGAR LOS EFECTOS DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA Y DEL RECOCIDO INTERCRÍTICO SOBRE LA INHIBICIÓN DEL CRECIMIENTO COLUMNAR DE GRANOS DE FERRITA..... 27

II.1. Variables de estudio .....	29
II.1.1. Deformación plástica mediante laminación en frío .....	29
II.1.2. Tratamiento térmico intercrítico .....	29
II.2. Técnicas de caracterización .....	32
II.2.1. Análisis químico .....	32
II.2.2. Caracterización microestructural.....	35
II.2.3. Determinación de las temperaturas críticas de transformación de fase ...	39
II.2.4. Análisis de desorientación interna.....	41

CAPÍTULO III. DISCUSIÓN DE LOS EFECTOS CAUSADOS EN EL ACERO ELÉCTRICO NO ORIENTADO POR LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA Y EL RECOCIDO INTERCRÍTICO..... 43

III.1. Caracterización del material de llegada .....	43
III.1.1. Composición química .....	43
III.1.2. Microestructura.....	43
III.2. Cambios en el acero producidos por la deformación plástica.....	47
III.2.1. Microestructura.....	47
III.2.2. Desorientación interna .....	48
III.2.3. Transformaciones de fase.....	53

III.3. Cambios en la microestructura producidos por el tratamiento térmico .....	55
III.3.1. Decarburación .....	55
III.3.2. Microestructura.....	62
CONCLUSIONES.....	79
RECOMENDACIONES .....	81
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	83

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Composición química del acero (% peso) [15]. .....	9
Tabla 2. Parámetros del tratamiento térmico [15].....	10
Tabla 3. Composición química del acero (% peso) [14]. .....	14
Tabla 4. Composición química de aceros eléctricos (% peso) [13]. .....	18
Tabla 5. Parámetros del recocido de decarburación en dos etapas [13].....	20
Tabla 6. Composición química (% peso) de acero eléctrico no orientado [12]. .....	22
Tabla 7. Condiciones de la deformación plástica y el tratamiento térmico. ....	30
Tabla 8. Composición química del acero experimental (% peso).....	43



## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Microestructura de un acero eléctrico de grano no orientado fabricado industrialmente mediante la ruta de procesamiento típica: a) semiprocesado (0.06 %C) y b) procesado (0.02 %C) [18].-----	8
Figura 2. Recocido escalonado [15].-----	10
Figura 3. Microestructura del acero eléctrico calentado a 10 °C/s obtenida después de: (a) la primera etapa ( $T_1, \tau_1$ ) y (b) segunda etapa del recocido ( $T_2, \tau_2$ ) [15].-----	11
Figura 4. Microestructura del acero eléctrico calentado a 5 °C/s obtenida después de la segunda etapa del recocido ( $T_2, \tau_2$ ) [15].-----	12
Figura 5. Distribución de componentes de textura cristalográfica a través del espesor de la lámina [15].-----	13
Figura 6. Instrumentación para la medición de la temperatura durante el tratamiento térmico: 1 posición de los termopares; 2 alambre de platino/rodio para sujetar los termopares y 3 termopares [14].-----	15
Figura 7. Distribución del gradiente de temperatura ( $\Delta T = T_s - T_x$ ) a diferentes tiempos, en función de la velocidad de calentamiento: a) $V_1$ y b) $V_2$ [14].-----	15
Figura 8. Microestructura del acero eléctrico obtenida después del recocido: a) $V_1, t=40s$ ; b) $V_1, t=80s$ ; c) $V_1, t=180s$ , d) $V_2, t=30s$ , e) $V_2, t=80s$ ; f) $V_2, t=190s$ [14].-	17
Figura 9. a) Microestructura del acero eléctrico obtenida después del recocido a 900 °C por 3.5 min en muestras calentadas a una velocidad $V_1$ y b) después de la decarburación [14].-----	18
Figura 10. Ciclo térmico utilizado [13].-----	19
Figura 11. Comparación entre la microestructura de aceros producidos industrialmente mediante la ruta de procesamiento típica: a) SP y b) FP, y la microestructura de aceros obtenidos mediante el recocido en dos etapas c) SP y d) FP [13].-----	21

Figura 12. Efecto de la temperatura sobre la microestructura del acero eléctrico laminado en caliente recocido durante 150 min: a) condición inicial “laminado en caliente”, b) 700 °C, c) 800 °C, d) 850 °C, e) 950 °C y f) 1050 °C [12]. -----	23
Figura 13. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos laminados en caliente recocidos a 850 °C: a) 10 min, b) 30 min, c) 60 min, d) 90 min, e) 120 min y 150 min [12]. -----	24
Figura 14. Evolución del contenido de C durante el recocido de banda caliente: a) 700 °C, b) 750 °C, c) 800 °C, d) 850 °C, e) 875 °C, f) 900 °C, g) 950 °C y h) 1050 °C [12]. -----	24
Figura 15. Microestructura de muestras (izquierda) sin y (derecha) con recocido de banda caliente a 850 °C durante 150 min, obtenidas después de a, b) laminación en frío, y c, d) tratamiento térmico subsecuente a temperaturas dentro del rango bifásico [12]. -----	26
Figura 16. Metodología utilizada para el desarrollo de esta tesis. -----	28
Figura 17. a) Ampliación de rodillos de laminación y panel de control, b) molino de laminación HILLE Helicon MK4. -----	31
Figura 18. Horno-mufla Thermolyne modelo 1300. -----	31
Figura 19. Determinador simultáneo de C y S marca Leco modelo CS 230. -----	33
Figura 20. Espectrofotómetro de emisión óptica por chispa marca Spectro modelo LabS. -----	33
Figura 21. Microscopio Olympus GX51. -----	35
Figura 22. a) Medición del tamaño de grano y b) cuantificación de fases, mediante análisis de imágenes con el programa Stream Essentials. -----	36
Figura 23. Representación esquemática de la medición de: a, b) porcentajes de área durante el crecimiento de grano anormal (columnar, izquierda y equiaxial, derecha) y c) longitud de granos columnares. -----	37
Figura 24. Microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6610LV. ---	38

Figura 25. Dilatómetro marca LINSEIS modelo L78.-----	40
Figura 26. Temperaturas críticas de transformación $Ac_1$ y $Ac_3$ determinadas mediante dilatometría [29]. -----	40
Figura 27. Mapa de desorientación interna de grano obtenido mediante EBSD [32].	42
Figura 28. Características microestructurales del acero eléctrico laminado en caliente “condición inicial”: a) microestructura, b) cementita en límites de grano de ferrita y microconstituyente perlita entre granos de ferrita y c) espectrograma EDS y análisis semicuantitativo obtenido en la matriz. -----	45
Figura 29. Mapas de desorientación interna del acero eléctrico laminado en caliente: a) superficie y b) mitad del espesor. -----	46
Figura 30. Efecto la deformación plástica sobre la microestructura de aceros eléctricos no orientados laminados en caliente: a) 0 % (inicial), b) 5%, c) 15% y d) 25% de reducción en espesor. -----	47
Figura 31. Mapas de desorientación obtenidos en la superficie de muestras con: a) 5%, b) 15% y c) 25% de reducción en espesor.-----	49
Figura 32. Mapas de desorientación obtenidos a la mitad del espesor: a) 5%, b) 15% y c) 25% de reducción en espesor. -----	50
Figura 33. Variación de la desorientación promedio en función del grado de reducción en espesor: a) superficie y b) mitad de espesor. -----	52
Figura 34. Efecto de la deformación plástica sobre las temperaturas críticas de transformación de fase en calentamiento continuo, $Ac_1$ y $Ac_3$ . -----	53
Figura 35. Efecto de la deformación plástica y del tiempo de recocido sobre el contenido de C.-----	56
Figura 36. Efecto del tiempo de recocido sobre la microestructura de muestras con 0% de reducción en espesor: a) condición inicial, b) 10 min, c) 30 min, d) 120 min, e) 150 min y e) 180 min.-----	59

- Figura 37. Validación del modelo cinético propuesto por Wagner [21] . Decarburación del acero eléctrico GNO recocido a temperaturas dentro del rango bifásico (850 °C): a) 0%, b) 5%, c) 15% y d)25% de reducción en espesor. -----61
- Figura 38. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos no orientados laminados en caliente, con 0% de deformación plástica, recocidos a 850 °C: a) 10 min, b) 60 min, c) 90 min, d) 120 min, e) 150 min y f) 180 min. ---65
- Figura 39. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos no orientados laminados en caliente, con 5% de deformación plástica, recocidos a 850 °C: a) 10 min, b) 60 min, c) 90 min, d) 120 min, e) 150 min y f) 180 min. ---66
- Figura 40. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos no orientados laminados en caliente, con 15% de deformación plástica, recocidos a 850 °C: a) 10 min, b) 60 min, c) 90 min, d) 120 min, e) 150 min y f) 180 min. ---69
- Figura 41. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos no orientados laminados en caliente, con 25% de deformación plástica, recocidos a 850 °C: a) 10 min, b) 60 min, c) 90 min, d) 120 min, e) 150 min y f) 180 min.----70
- Figura 42. Efecto del tiempo de recocido sobre la longitud de los granos columnares y el contenido de carbono en muestras con: a) 0% y b) 5% de reducción en espesor. -----72
- Figura 43. Efecto del tiempo de recocido sobre la fracción de granos con crecimiento anormal equiaxial y el contenido de carbono en muestras con 15% de deformación. -----73
- Figura 44. Efecto del tiempo de recocido sobre el tamaño de grano y el contenido de carbono en muestras con 25% de reducción en espesor. -----73
- Figura 45. Fracción de granos con crecimiento anormal en función del tiempo de tratamiento térmico. -----74
- Figura 46. Gráfica  $\ln \left[ \frac{1}{1-X} \right]$  vs  $\ln t$  en muestras con a) 0%, b) 5% y c) 15% de reducción en espesor, en las cuales se observó crecimiento anormal de grano. -----76

Figura 47. Cinética de crecimiento de grano normal durante el recocido de muestras con 25% de reducción en espesor. -----77

## SIMBOLOGÍA Y ABREVIATURAS

AEGO	Acero eléctrico de grano orientado
AEGNO	Acero eléctrico de grano no orientado
{110}	Grupo o familia de planos {110} equivalentes
<001>	Grupo o familia de direcciones <001> equivalentes
<uvw>	Índices de Miller de una familia de direcciones cristalográficas
$\gamma$ -Fe	Fase austenita, es una fase estable del acero a alta temperatura, a partir de 723 °C para un acero de composición eutectoide. Es una solución sólida de carbono en hierro con empaquetamiento cúbico centrado en las caras.
$\alpha$ -Fe	Fase ferrita, es la fase estable del acero a temperatura ambiente. Es una solución sólida de carbono en hierro con empaquetamiento cúbico centrado en el cuerpo.
SIBM	Migración de límites de grano inducida por deformación, por sus siglas en inglés
$\Delta T$	Gradiente de temperatura
$T_x$	Temperatura a una posición del espesor determinada, °C
$T_s$	Temperatura en la superficie del acero, °C
T	Temperatura, °C
Vc	Velocidad de calentamiento, °C/s

$\tau$	tiempo, s
t	tiempo, s
C	Carbono
$A_{C1}$	Temperatura crítica de transformación de fase en calentamiento continuo, $\alpha\text{-Fe} + \text{Fe}_3\text{C} \rightarrow \gamma\text{-Fe}$
$A_{C3}$	Temperatura crítica de transformación de fase en calentamiento continuo a partir de la cual la fase estable es $\gamma\text{-Fe}$
$V_{cr}$	Velocidad de calentamiento crítica
{100}//NP	Componente de textura en la cual los planos {100} del cristal son paralelos al plano normal de la lámina
{110}//NP	Componente de textura en la cual los planos {110} del cristal son paralelos al plano normal de la lámina
{111}//NP	Componente de textura en la cual los planos {111} del cristal son paralelos al plano normal de la lámina
OIM	Microscopía de imagen orientacional, por sus siglas en inglés
MO	Microscopía óptica
MEB	Microscopía electrónica de barrido
EBSD	Difracción de electrones retrodispersados, por sus siglas en inglés
EA-IR	Espectroscopía de absorción infrarroja por combustión
EEO	Espectroscopía de emisión óptica

BSE	Electrones retrodispersados, por sus siglas en inglés
SE	Electrones secundarios, por sus siglas en inglés
DN	Dirección normal de la lámina
NP	Plano normal de la lámina, por sus siglas en inglés
DL	Dirección de laminación
$\bar{C}$	Concentración de carbono promedio, % peso
$C_i$	Concentración de carbono inicial, % peso
$a$	Mitad de espesor, cm
$D_f$	Coeficiente de difusión del carbono en ferrita ( $\alpha$ -Fe), $\text{cm}^2/\text{s}$
$C_b$	Concentración de carbono en ferrita ( $\alpha$ -Fe) en equilibrio con austenita ( $\gamma$ -Fe), %peso
$t$	Tiempo, s
$R$	Constante universal de los gases, 1.986 cal/mol·K
$T$	Temperatura del tratamiento térmico, K
$A$	Periodo de incubación
$k$	Constante cinética de crecimiento anormal de grano
$D$	Tamaño de grano obtenido después del tratamiento térmico
$D_o$	Tamaño de grano inicial



$n$

Exponente de crecimiento normal de grano

## INTRODUCCIÓN

Actualmente, la energía eléctrica en términos de fuentes disponibles, impacto ambiental y económico es una preocupación mundial. Por lo tanto, surge la necesidad de desarrollar nuevos materiales o tecnologías más eficientes que permitan aprovechar al máximo el uso de este recurso [1, 2].

Los aceros eléctricos son materiales magnéticos suaves (fáciles de magnetizar y desmagnetizar) utilizados ampliamente en el sistema de la electricidad incluyendo su obtención, distribución y consumo. El término eléctricos proviene de las aplicaciones a las cuales están destinados, ya que son utilizados para la fabricación de núcleos de aparatos eléctricos que varían desde simples electrodomésticos hasta aplicaciones en vehículos eléctricos [3, 4].

Existen dos tipos de aceros eléctricos: los de grano orientado (AEGO) y los de grano no orientado (AEGNO). La principal diferencia entre estas dos clases de aceros es su textura cristalográfica. Los aceros eléctricos de grano orientado se caracterizan por tener una textura de tipo  $\{110\} \langle 001 \rangle$ , conocida como textura de Goss [5, 6]. En estos aceros, los cristales de ferrita están orientados de tal forma que sus planos  $\{110\}$  son paralelos al plano normal de la lámina (NP, por sus siglas en inglés) y las direcciones  $\langle 001 \rangle$  son paralelas a la dirección de laminación. Esta característica microestructural causa que las láminas exhiban excelentes propiedades en la dirección de laminación y, por lo tanto, son utilizadas para la fabricación de núcleos de aparatos eléctricos en donde el flujo es unidireccional como en el caso de los transformadores de potencia [6, 7].

La textura deseable en aceros eléctricos de grano no-orientado es de tipo  $\{001\} \langle uvw \rangle$ . Es decir, se requiere que los granos de ferrita estén orientados de tal manera que sus planos  $\{001\}$  sean paralelos al plano normal de la lámina y con todas sus direcciones posibles obtenidas mediante rotaciones en torno a la dirección normal de la lámina [8]. Esta característica microestructural causa que las láminas exhiban excelentes propiedades en todas las direcciones y, por lo tanto, son recomendadas para la

fabricación de núcleos en los cuales la dirección del flujo magnético no es unidireccional, como en el caso de los alternadores, generadores de energía, motores eléctricos, etc. [6, 7].

Durante su operación, estos materiales son sometidos a campos magnéticos alternos; parte de la energía es utilizada en el proceso de magnetización–desmagnetización, el cual permite que el material realice un trabajo mecánico. Sin embargo, otra parte se pierde en forma de calor [9]. Para minimizar estas pérdidas de energía, es necesario tener una composición química adecuada, desarrollar la textura cristalográfica deseable dependiendo del tipo de aplicación del acero, producir un tamaño de grano grande (debido a que los límites de grano actúan como obstáculos al proceso de magnetización), y evitar la presencia de carburos, sulfuros, nitruros y óxidos, ya que también dificultan el proceso de magnetización, resultando en mayores pérdidas de energía [10].

El desarrollo de granos columnares es un método eficiente para mejorar la calidad magnética de AEGNO [8, 11-13]. Kováč y col. [13], reportaron una reducción en las pérdidas de energía del 34% mediante el desarrollo de granos columnares en aceros eléctricos no orientados sujetos a un recocido en dos etapas. La reducción en las pérdidas de energía fue atribuida a que en general, durante el crecimiento columnar, se reduce la cantidad de carburos, el tamaño de grano se incrementa considerablemente, y se desarrollan mayoritariamente orientaciones de tipo  $\{001\}$   $\langle 100 \rangle$  y/o  $\{001\}$   $\langle 110 \rangle$  [8, 11, 12, 14, 15].

La mayoría de los estudios enfocados al crecimiento columnar, han sido desarrollados durante el recocido de aceros laminados en frío o después del proceso de temple (*temper rolling*), de la ruta de procesamiento convencional [11, 13, 16, 17].

Por otra parte, Gutiérrez y Salinas [12] reportaron una reducción en las pérdidas de energía de aproximadamente 37% en AEGNO fabricados mediante una ruta de procesamiento alterna. A diferencia de la ruta convencional, el acero laminado en

caliente, fue sometido a “recocido intercrítico, antes del proceso de laminación en frío”. Durante este proceso, se obtuvieron microestructuras consistentes de granos de ferrita con morfología columnar. El crecimiento columnar se desarrolló bajo condiciones isotérmicas y fue atribuido a la transformación de fase  $\gamma$ -Fe  $\rightarrow$   $\alpha$ -Fe asistida por decarburación [12]. Sin embargo, se observó que después del proceso de laminación en frío (reducción en espesor de aproximadamente 75%) y subsecuente recocido, no se desarrolla la morfología de tipo “columnar”, incluso cuando el material es calentado a temperaturas dentro de la zona bifásica.

Por lo tanto, para promover el crecimiento columnar durante el recocido final, con lo cual se pudiera optimizar el comportamiento magnético de estos aceros, es necesario conocer los efectos de la deformación plástica y del tratamiento térmico en la región bifásica sobre los cambios microestructurales que ocurren en el acero, para finalmente determinar los factores que inhiben dicho crecimiento.

## JUSTIFICACIÓN

El crecimiento de grano con morfología columnar en aceros eléctricos no-orientados, es un método eficiente para mejorar la calidad magnética de estos aceros [8, 11, 12, 15, 16]. La mejora se relaciona con el incremento en el tamaño de grano, reducción en la cantidad de carburos y el desarrollo de texturas cristalográficas preferenciales de tipo  $\{001\}$ //NP.

Desafortunadamente, este tipo de microestructura no puede ser obtenida mediante la ruta de procesamiento típica y, por lo tanto, es necesario utilizar métodos alternativos que permitan su desarrollo [8, 11, 12, 15].

Gutiérrez y Salinas [12], reportaron que este tipo de microestructuras puede ser obtenido mediante una ruta de procesamiento alterna en la cual el acero eléctrico laminado en caliente es recocido en la región bifásica antes del proceso de laminación en frío. Esta etapa de recocido adicional en la zona intercrítica permitió reducir las pérdidas de energía del producto final (aproximadamente 37%) y el tiempo de procesamiento (de  $t > 12$  h a  $t < 3$  h), lo cual fue atribuido al crecimiento columnar durante el recocido. Un aspecto importante fue que, después del proceso de laminación en frío (aproximadamente 75% de reducción en espesor) y recocido subsecuente no se obtuvieron microestructuras columnares en el producto final, aún y cuándo el material fue calentado a temperaturas dentro del rango bifásico.

Desde el punto de vista científico y tecnológico, los resultados obtenidos por Gutiérrez y Salinas [12], representan una gran motivación para investigar los efectos de la deformación plástica y del tratamiento térmico en la región bifásica, sobre los cambios microestructurales que ocurren en el acero, ya que el conocimiento de dichos efectos sobre el crecimiento columnar, permitirá establecer las condiciones de procesamiento óptimas para desarrollar este tipo de microestructuras durante el recocido final, con lo cual se pudieran optimizar sus propiedades magnéticas.

## **OBJETIVO**

Estudiar los factores que inhiben el crecimiento columnar después de los procesos de laminación en frío y subsecuente recocido, de la ruta de procesamiento alterna para la fabricación de aceros eléctricos no orientados. La deformación plástica en el acero puede causar cambios en la cinética de la decarburación y en la cinética de la transformación de fase  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$  durante el tratamiento térmico, lo cual puede afectar de manera negativa el crecimiento columnar.

## OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para lograr el objetivo general se han propuesto los siguientes objetivos específicos:

- Estudiar el efecto de la deformación plástica sobre las temperaturas críticas de transformación en calentamiento continuo  $Ac_1$  y  $Ac_3$ , con el fin de investigar si existe un desplazamiento de las mismas que pudiera afectar la proporción de las fases presentes ( $\alpha$ -Fe,  $\gamma$ -Fe) a la temperatura de recocido establecida, la cual finalmente pudiera contribuir con la inhibición del crecimiento columnar.
- Investigar el efecto de la deformación plástica y del recocido intercrítico sobre la cinética de crecimiento de grano anormal y normal, ya que la inhibición del crecimiento columnar (anormal) resulta en un crecimiento normal de grano.
- Estudiar el efecto de la deformación plástica sobre la cinética de la decarburación y la evolución del microconstituyente perlita durante el recocido a temperaturas dentro del campo bifásico y su efecto sobre la inhibición de remoción de carbono.
- Estudiar el efecto de la deformación plástica y del recocido intercrítico sobre el grado de desorientación interna de grano el cual pudiera afectar la cinética de la transformación de fase y/o la cinética de la decarburación, que pudieran afectar el crecimiento de grano columnar.

# **CAPÍTULO I. PROCESAMIENTO CONVENCIONAL DE ACEROS ELÉCTRICOS NO ORIENTADOS Y MÉTODOS ALTERNATIVOS PARA PROMOVER EL CRECIMIENTO COLUMNAR DE GRANOS DE FERRITA**

En este capítulo se describirá el proceso tradicional utilizado industrialmente para la fabricación de AEGNO. Así mismo, se presentan algunos métodos alternativos reportados en la literatura, para la obtención de granos con morfología columnar en aceros eléctricos de grano no orientado.

## **I.1. Ruta de procesamiento típica para la fabricación de aceros eléctricos de grano no orientado de bajo carbono**

Los aceros eléctricos de grano no orientado (AEGNO) se subdividen en dos clases: semiprocesados y procesados [6]. La diferencia entre estos dos tipos de aceros es su condición de procesamiento.

En general, las láminas de acero eléctrico de grano no orientado son obtenidas a partir de planchones delgados producidos por colada continua. El acero líquido producido a partir de mezclas de chatarra y hierro esponja en un horno eléctrico, es alimentado en máquinas de colada continua donde el acero solidifica en forma de planchones [18]. Los planchones solidificados son introducidos directamente en un horno túnel durante tiempos de permanencia entre 12 y 20 min. En este horno, la temperatura de los planchones es alrededor de 1150 °C antes de entrar al proceso de laminación en caliente. Generalmente, los planchones son laminados a temperaturas entre 880 y 1150 °C en un molino continuo de 6 castillos el cual es capaz de producir rollos de acero de hasta 1 mm de espesor. El producto obtenido es generalmente denominado “banda caliente” [18].

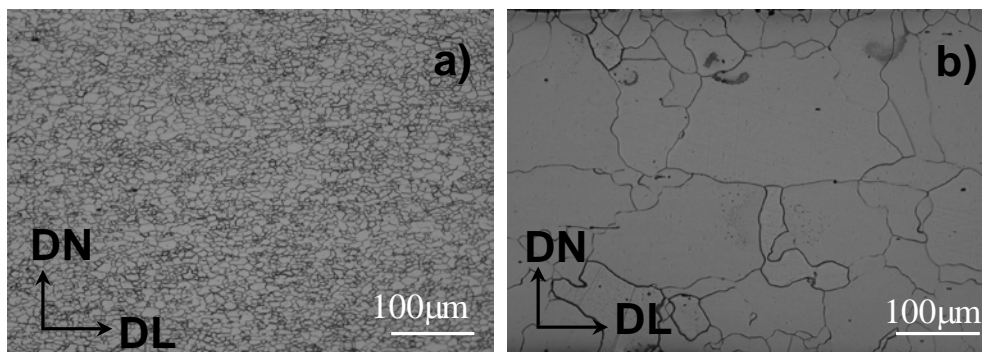
La laminación en frío de la banda caliente se lleva a cabo hasta espesores muy delgados (< 0.6 mm) y posteriormente el acero es recocido en hornos tipo campana. A continuación, el acero es sometido a un proceso de laminación en frío adicional conocido como “*skin pass*”, “*temper-rolling*” o “*temple*”. Generalmente, la



deformación en este paso es menor a 8 % y se realiza con el fin de darle al acero la planicidad requerida y facilitar el crecimiento de grano durante el recocido final. En esta etapa del procesamiento, el acero es considerado como acero eléctrico de grano no-orientado de tipo semiprocesado [18].

En el caso de los AEGNO procesados, el usuario final realiza un tratamiento térmico de recocido en piezas finales (núcleos) obtenidas mediante operaciones de troquelado. La finalidad de este tratamiento, es disminuir el contenido de C al nivel más bajo posible, eliminar los esfuerzos residuales y causar el crecimiento de grano con lo cual las propiedades magnéticas y mecánicas del producto final son ajustadas [6]. Tradicionalmente, este recocido se realiza a  $T < A_{c1}$  durante tiempos de permanencia muy largos ( $t > 12$  h).

La Figura 1 muestra una comparación entre la microestructura y el contenido de C de aceros semiprocesados y procesados, fabricados industrialmente mediante la ruta de procesamiento típica. Como se puede observar, el AEGNO semiprocesado se caracteriza por la presencia de granos de ferrita recristalizada muy finos (Figura 1a), los cuales se forman durante el recocido del material deformado, en contraste, el AEGNO procesado, muestra una microestructura consistente de granos de ferrita equiaxiados muy grandes (Figura 1b) [18].



*Figura 1. Microestructura de un acero eléctrico de grano no orientado fabricado industrialmente mediante la ruta de procesamiento típica: a) semiprocesado (0.06 %C) y b) procesado (0.02 %C) [18].*

Es claro que el crecimiento de los granos de ferrita durante el recocido de decarburación es favorecido por la remoción del C, sin embargo, como se puede observar la morfología de tipo columnar no se obtiene mediante esta ruta convencional. Resultados similares han sido reportados por otros investigadores [4, 15].

## **I.2. Factores que favorecen el crecimiento de grano columnar en aceros eléctricos de grano no orientado**

Como se demostró anteriormente, el crecimiento de granos columnares no puede ser desarrollado mediante la ruta de procesamiento convencional. Por lo tanto, existe la necesidad de desarrollar nuevos métodos de procesamiento que permitan obtener esta microestructura particular. A continuación, se describen algunas rutas de procesamiento alternativas para el desarrollo de granos columnares, y se indican los factores microestructurales que favorecen dicho crecimiento.

### **I.2.1. Crecimiento de grano columnar debido a la existencia de un gradiente de energía almacenada**

Kováč y col. [15], reportaron el crecimiento columnar con texturas de tipo  $(001)(\bar{1}\bar{2}0)$  durante el recocido en dos etapas de aceros eléctricos no orientados “con temple (*temper rolling*)”. Para dicho estudio, se utilizó AEGNO con el espesor y la composición química que se muestran en la Tabla 1.

*Tabla 1. Composición química del acero (% peso) [15].*

<b>Muestra</b>	<b>Espesor (mm)</b>	<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>Al</b>	<b>N</b>
<b>AEGNO con temple</b>	0.60	0.004	0.19	2.4	0.04	0.009	0.45	0.002

El acero fue sometido a los ciclos térmicos que se muestran en la Figura 2, considerando las variables que se presentan en la Tabla 2. Las velocidades de calentamiento utilizadas fueron de 10 y 5 °C/s, mientras que los otros parámetros del proceso se mantuvieron constantes.

$T_1$ ,  $\tau_1$  y  $V_1$ ,  $V_2$ , fueron establecidos para obtener la recristalización de la ferrita deformada y lograr la nucleación de los granos superficiales. Los parámetros  $T_2$  y  $\tau_2$ , fueron seleccionados para favorecer el crecimiento de los granos superficiales y promover la morfología de tipo columnar.

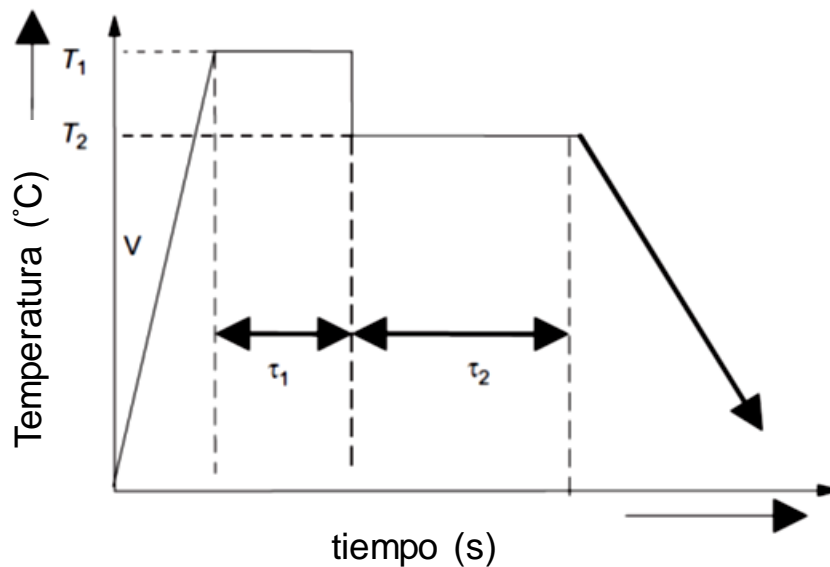


Figura 2. Recocido escalonado [15].

Tabla 2. Parámetros del tratamiento térmico [15].

<b>Vc (°C/s)</b>	<b>T<sub>1</sub> (°C)</b>	<b>τ<sub>1</sub> (s)</b>	<b>T<sub>2</sub> (°C)</b>	<b>τ<sub>2</sub> (s)</b>
<b>V<sub>1</sub> = 10</b>	910	60	840	180
<b>V<sub>2</sub> = 5</b>	910	60	840	180

La Figura 3a muestra la microestructura obtenida después de la primera etapa en muestras calentadas a  $10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ . Como se puede observar, el tratamiento térmico a  $T_1$ ,  $\tau_1$  y  $V_1$  favorece la nucleación de granos columnares, así mismo, después de la segunda etapa del tratamiento ( $T_2$ ,  $\tau_2$ ) se promueve el crecimiento de los mismos (Figura 3b).

Es claro que la disminución de la temperatura después de la primera etapa del recocido, resulta en una microestructura de granos finos a la mitad del espesor, permitiendo el crecimiento de los granos superficiales hacia el centro del espesor de la muestra por una ventaja de tamaño. Como se observa en la Figura 3b, después de la segunda etapa del recocido se obtiene una microestructura completamente columnar.

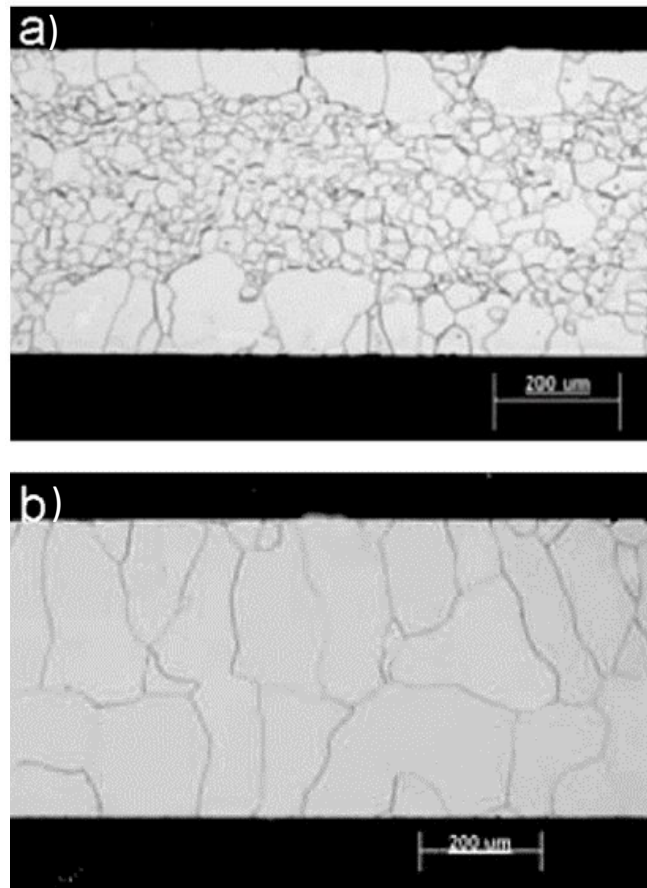
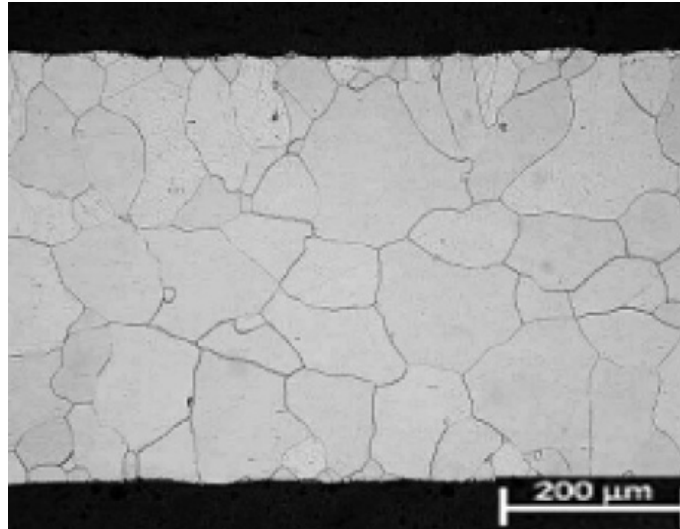


Figura 3. Microestructura del acero eléctrico calentado a  $10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$  obtenida después de: (a) la primera etapa ( $T_1$ ,  $\tau_1$ ) y (b) segunda etapa del recocido ( $T_2$ ,  $\tau_2$ ) [15].

La Figura 4 muestra la microestructura del acero obtenida con la aplicación de velocidades de calentamiento más lentas ( $V_2 = 5 \text{ }^\circ\text{C/s}$ ). En este caso, se observa una microestructura consistente de granos de ferrita con morfología equiaxial.



*Figura 4. Microestructura del acero eléctrico calentado a  $5 \text{ }^\circ\text{C/s}$  obtenida después de la segunda etapa del recocido ( $T_2, \tau_2$ ) [15].*

Los resultados obtenidos por Kováč [15], indican que existe una velocidad de calentamiento crítica ( $V_{cr}$ ) que permite el crecimiento preferencial de los granos superficiales, los cuales crecen durante la segunda etapa del tratamiento térmico resultando en morfologías de tipo columnar (comparar Figuras 3b y 4).

El crecimiento de grano columnar observado en el acero investigado por este autor [15], fue explicado mediante el mecanismo de migración de límites de grano inducida por deformación (SIBM, por sus siglas en inglés).

Se reportó que la textura de deformación exhibe un gradiente de orientaciones a través del espesor de la lámina [15]. Los granos presentes en la superficie del acero exhibieron mayoritariamente orientaciones de tipo  $\{100\}/\text{NP}$ .

Los granos ubicados a  $1/3$  de la mitad del espesor de la lámina, presentaron orientaciones de tipo  $\{110\}/\text{NP}$ , mientras que los granos en la parte central del

espesor de la lámina exhibieron orientaciones de tipo  $\{111\}$ //NP. La distribución de la intensidad de estas tres componentes de textura a través del espesor del acero es presentada esquemáticamente en la Figura 5 [15].

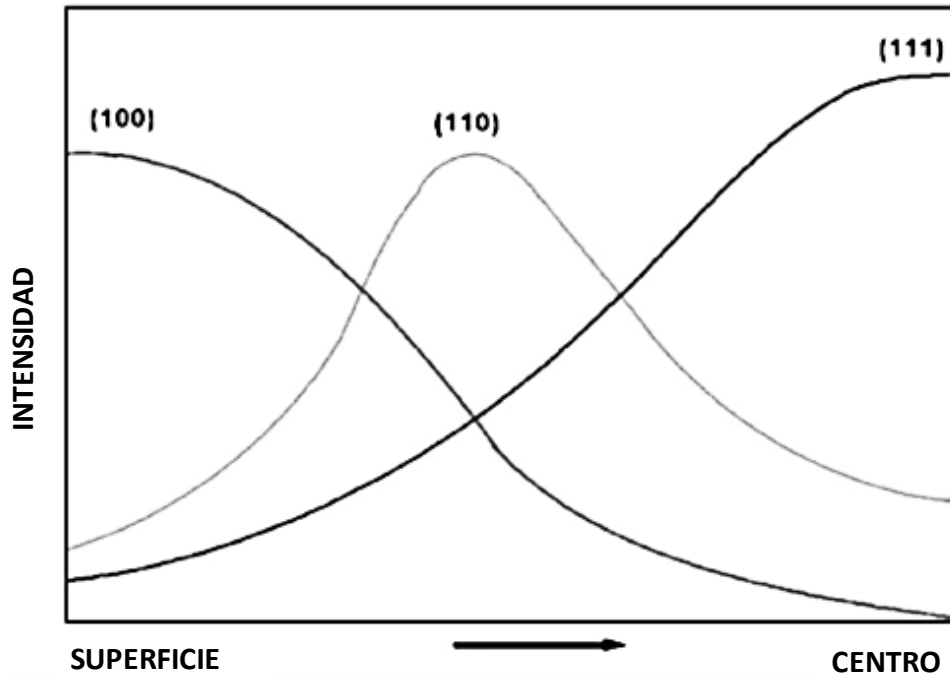


Figura 5. Distribución de componentes de textura cristalográfica a través del espesor de la lámina [15].

Debido a la existencia de un gradiente de texturas, se puede considerar la existencia de un gradiente de energía almacenada a través del espesor de la lámina, después del proceso de temple, donde  $E_{(110)} > E_{(111)} > E_{(100)}$  [15]. Es decir, la energía almacenada en granos con orientaciones  $\{110\}$ //NP es mayor que la energía almacenada de granos con orientaciones de tipo  $\{111\}$ //NP y  $\{100\}$ //NP, respectivamente.

De acuerdo a los resultados presentados en la Figura 5, la mayor intensidad de la energía almacenada estará presente a 1/3 de la mitad del espesor y a la mitad del espesor, debido a la presencia de granos con orientaciones  $\{110\}$ //NP y  $\{111\}$ //NP, respectivamente. En contraste, la superficie del material tendrá una menor energía almacenada, debido a la presencia de granos con orientaciones  $\{100\}$ //NP. Este

gradiente en combinación con un recocido apropiado, permite el crecimiento de granos superficiales con baja energía almacenada, hacia la región de granos con mayor energía acumulada.

Con base en lo anterior, se puede concluir que el crecimiento columnar en el acero experimental ocurre mediante el mecanismo de SIBM. De acuerdo con Kováč y col. [15], una velocidad de calentamiento apropiada, puede producir un gradiente térmico a través del espesor de la muestra favoreciendo el mecanismo de SIBM, lo cual fue estudiado posteriormente por Sidor y col. [14] y se explica a continuación.

### I.2.2. Crecimiento de grano columnar debido a la existencia de un gradiente térmico

Sidor y col. [14], reportaron el crecimiento de grano columnar con texturas de tipo  $\{001\}/\text{ND}$ , durante el recocido de aceros eléctricos no-orientados “laminados en frío”. La composición química y el espesor del acero utilizado se muestran en la Tabla 3.

*Tabla 3. Composición química del acero (% peso) [14].*

<b>Muestra</b>	<b>Espesor (mm)</b>	<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>Al</b>
<b>AEGNO laminado en frío</b>	0.67	0.03	0.38	1.00	0.13	0.008	0.16

Las muestras de acero fueron calentadas a velocidades de 10 °C/s ( $V_1$ ) y 8 °C/s ( $V_2$ ), desde temperatura ambiente hasta 900 °C. Los tiempos de permanencia se variaron entre 0.25 y 30 min, y el enfriamiento se realizó en agua. Posteriormente, las muestras fueron preparadas mediante técnicas convencionales de metalografía y atacadas con Nital al 3% para revelar su microestructura. La caracterización se realizó mediante microscopía óptica en secciones longitudinales.

Para evaluar los efectos de la velocidad de calentamiento, las muestras fueron instrumentadas como se muestra esquemáticamente en la Figura 6. Como se puede observar, se colocaron dos termopares, uno a la mitad del espesor y otro en la superficie del acero.

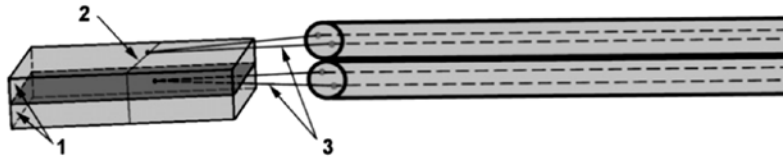


Figura 6. Instrumentación para la medición de la temperatura durante el tratamiento térmico: 1 posición de los termopares; 2 alambre de platino/rodio para sujetar los termopares y 3 termopares [14].

La Figura 7 muestra las gráficas del gradiente térmico ( $\Delta T$ ), obtenidas en función del tiempo ( $t$ ) y el espesor del acero ( $x$ ), para las dos velocidades de calentamiento utilizadas [14].  $T_s$  es la temperatura en la superficie de la muestra y  $T_x$  es la temperatura a la mitad del espesor. Como se puede observar, los gradientes de temperatura más elevados ( $\Delta T$ ), entre la superficie ( $x = 300 \mu\text{m}$ ) y la mitad del espesor ( $x = 0 \mu\text{m}$ ), se obtienen con la velocidad de calentamiento más rápida,  $10 \text{ }^\circ\text{C/s}$  (Figura 7a). El  $\Delta T$  máximo es de alrededor de  $240 \text{ }^\circ\text{C}$  cuando el tiempo de recocido es aproximadamente  $10 \text{ s}$ .

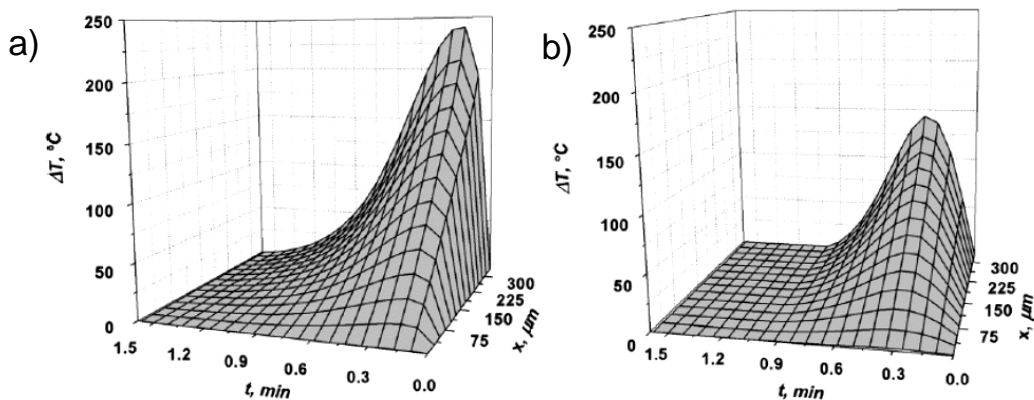


Figura 7. Distribución del gradiente de temperatura ( $\Delta T = T_s - T_x$ ) a diferentes tiempos, en función de la velocidad de calentamiento: a)  $V_1$  y b)  $V_2$  [14].



Al disminuir la velocidad de calentamiento a  $8\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ , el gradiente térmico disminuye observándose un máximo de aproximadamente  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  cuando el tiempo de recocido es alrededor de  $20\text{ s}$  (Figura 7b).

La Figura 8 muestra la evolución de la microestructura durante el recocido. Como se puede observar, los granos presentes en la superficie del acero crecen anormalmente formando una capa delgada de granos de ferrita de mayor tamaño (Figuras 8a y 8d), la cual es mayor para un tiempo más largo (Figura 8b y 8e). El crecimiento ocurre en una dirección paralela a la dirección de la decarburación, resultando en granos con morfología columnar en muestras calentadas a una velocidad  $V_1$  (Figura 8c) o equiaxial cuando se utiliza una velocidad  $V_2$  (Figura 8f).

Para las dos velocidades de calentamiento empleadas, el contenido de carbono en la superficie es más bajo que el que se presenta en la mitad del espesor debido a la decarburación en la superficie. El gradiente de concentración de C, causado por la decarburación, representa la fuerza motriz para el crecimiento de grano.

De acuerdo a los resultados reportados por Sidor y col. [14], si el gradiente térmico es alto, la difusión de átomos de carbono en la dirección del gradiente es rápida, resultando en un crecimiento direccional de tipo columnar (Figura 8c). Sin embargo, si el gradiente térmico es pequeño, la difusión de átomos de carbono es más lenta y aleatoria, promoviendo un crecimiento de grano con morfología equiaxial (Figura 8f). Por lo tanto, el movimiento de los límites de grano ocurre por la diferencia en la energía almacenada a través del espesor de la lámina tal como lo demostró Kováč y col. [15], y por la existencia del gradiente térmico como lo muestra Sidor y col. [14]. Estos dos factores provocan condiciones de no equilibrio entre la superficie y el plano medio de la lámina de acero que dan lugar al crecimiento direccional de tipo columnar.

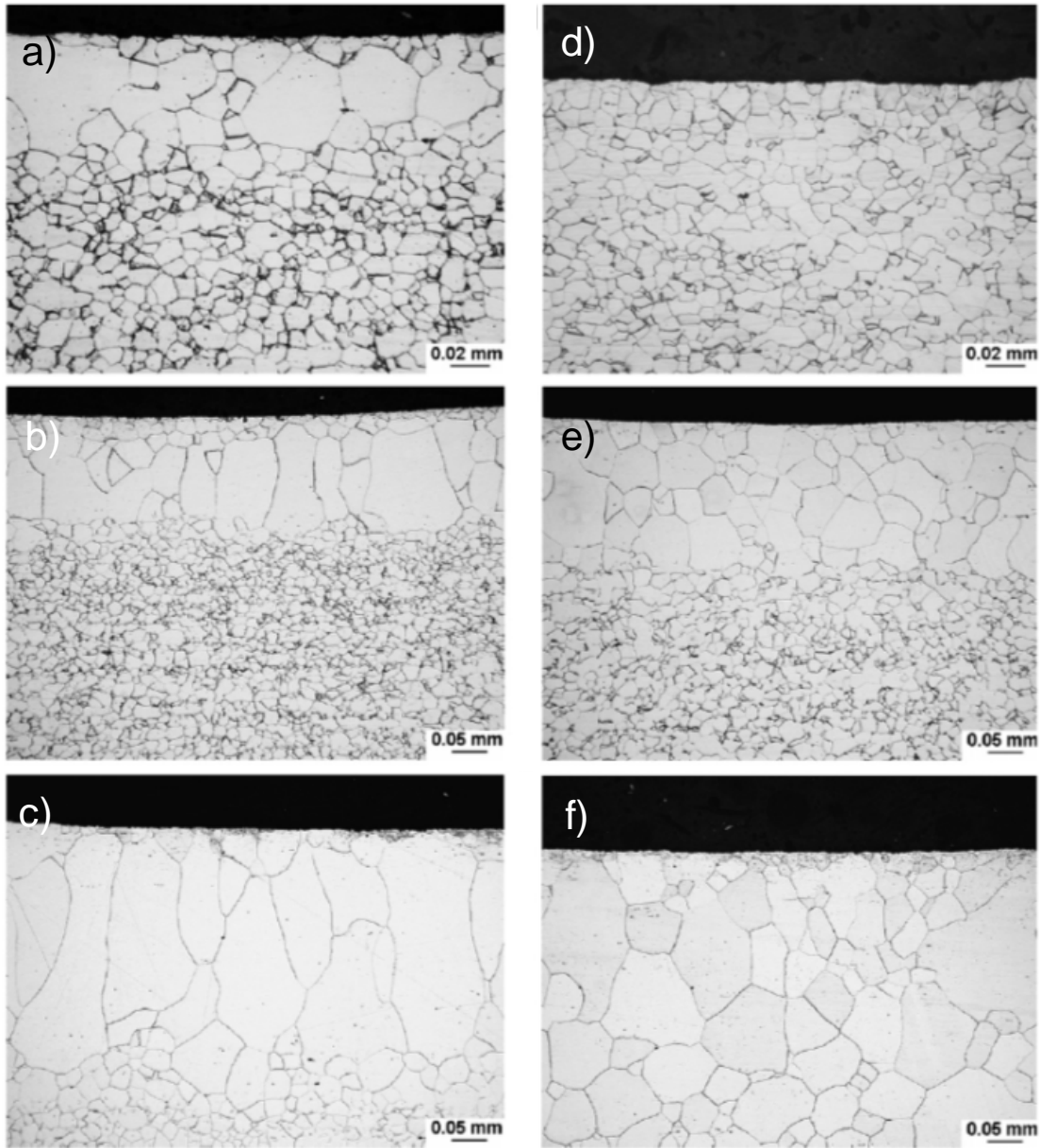


Figura 8. Microestructura del acero eléctrico obtenida después del recocido: a)  $V_1$ ,  $t=40s$ ; b)  $V_1$ ,  $t=80s$ ; c)  $V_1$ ,  $t=180s$ , d)  $V_2$ ,  $t=30s$ , e)  $V_2$ ,  $t=80s$ ; f)  $V_2$ ,  $t=190s$  [14].

El movimiento de límites de grano es controlado por el movimiento de la interface de decarburación, en dirección a la mitad del espesor de la muestra (Figura 9) [14]. En el caso del crecimiento anormal de tipo equiaxial, la velocidad del crecimiento de grano direccional disminuye debido a que, el tratamiento térmico no proporciona las condiciones para una rápida difusión de los átomos de carbono promoviendo una decarburación más lenta [14].

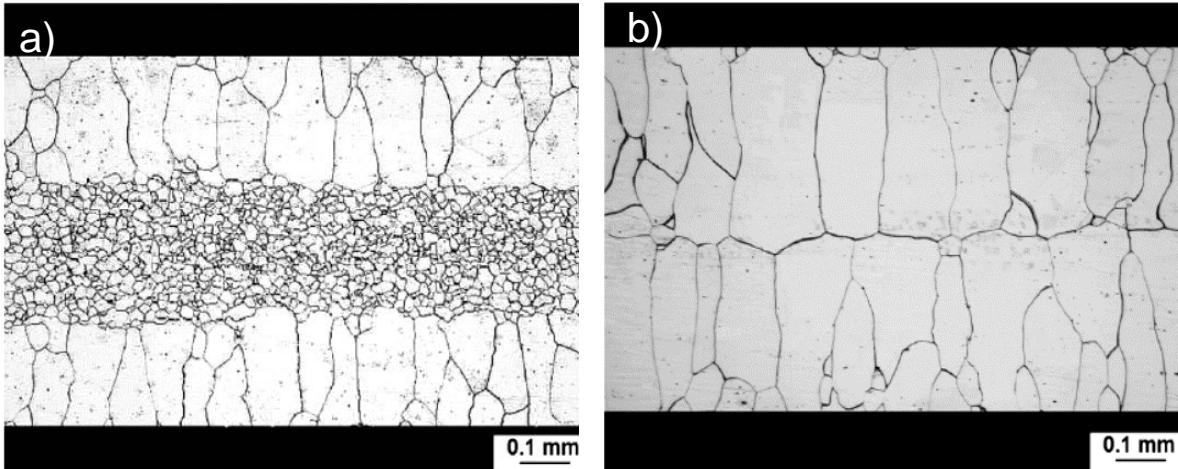


Figura 9. a) Microestructura del acero eléctrico obtenida después del recocido a 900 °C por 3.5 min en muestras calentadas a una velocidad  $V_1$  y b) después de la decarburación [14].

### I.2.3. Crecimiento columnar durante la transformación de fase $\gamma$ - $\alpha$ -Fe inducida por decarburación

Kováč y col. [13], desarrollaron un método de procesamiento para promover el desarrollo de granos columnares con una intensa textura (001)[1 $\bar{1}$ 0]. El crecimiento columnar se desarrolló durante el recocido de decarburación de aceros “laminados en frío y con temple (*temper rolling*)”.

Las muestras de acero eléctrico fueron obtenidas a partir de rollos procesados industrialmente. La identificación y composición química de los aceros utilizados se muestra en la Tabla 4.

Tabla 4. Composición química de aceros eléctricos (% peso) [13].

Acero	C	Mn	Si	P	S	Al	N
SP	0.05	0.36	0.24	0.068	0.008	0.109	0.005
FP	0.03	0.38	1.01	0.134	0.008	0.157	0.007

Los aceros obtenidos después del proceso de la laminación en frío fueron identificados como FP, mientras que los identificados como SP fueron obtenidos después de la etapa de temple. El espesor de ambos aceros fue de 0.65 mm.

Los aceros fueron recocidos en dos etapas de acuerdo al ciclo de tratamiento térmico que se muestra en la Figura 10. La primera etapa se realizó con el fin de causar la recristalización primaria del material, para lo cual las muestras fueron calentadas hasta la temperatura  $T_1$  y mantenidas durante un tiempo  $t_1$ .

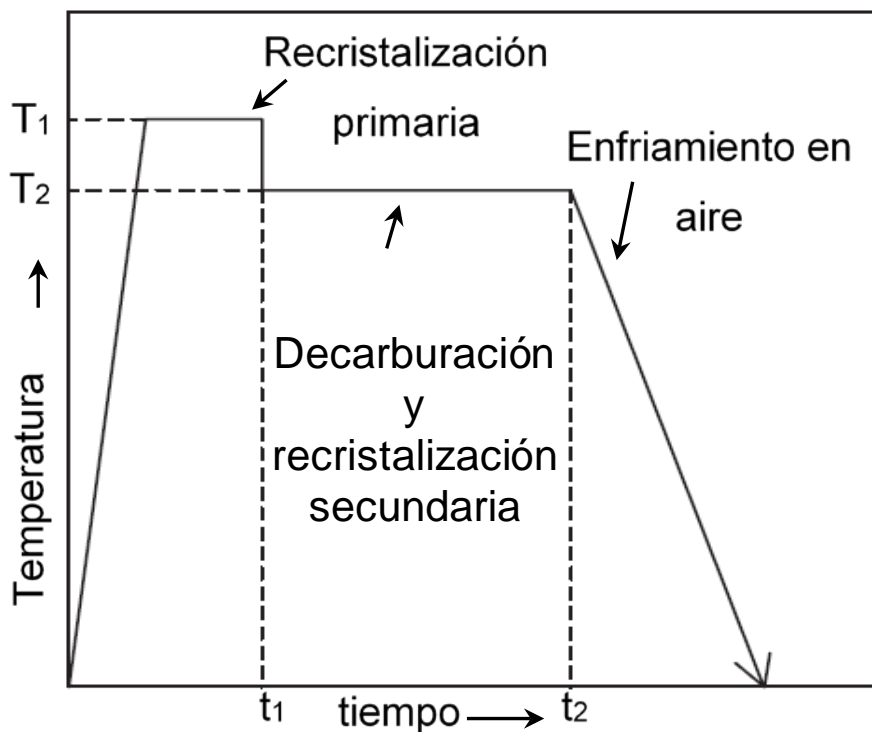


Figura 10. Ciclo térmico utilizado [13].

En la segunda etapa, el material fue enfriado a una temperatura  $T_2$  y mantenido durante un tiempo  $t_2$ , con la finalidad de promover la decarburación del acero y causar el crecimiento de grano columnar. Los experimentos se realizaron en base a las condiciones de procesamiento que se presentan en la Tabla 5.

Tabla 5. Parámetros del recocido de decarburación en dos etapas [13].

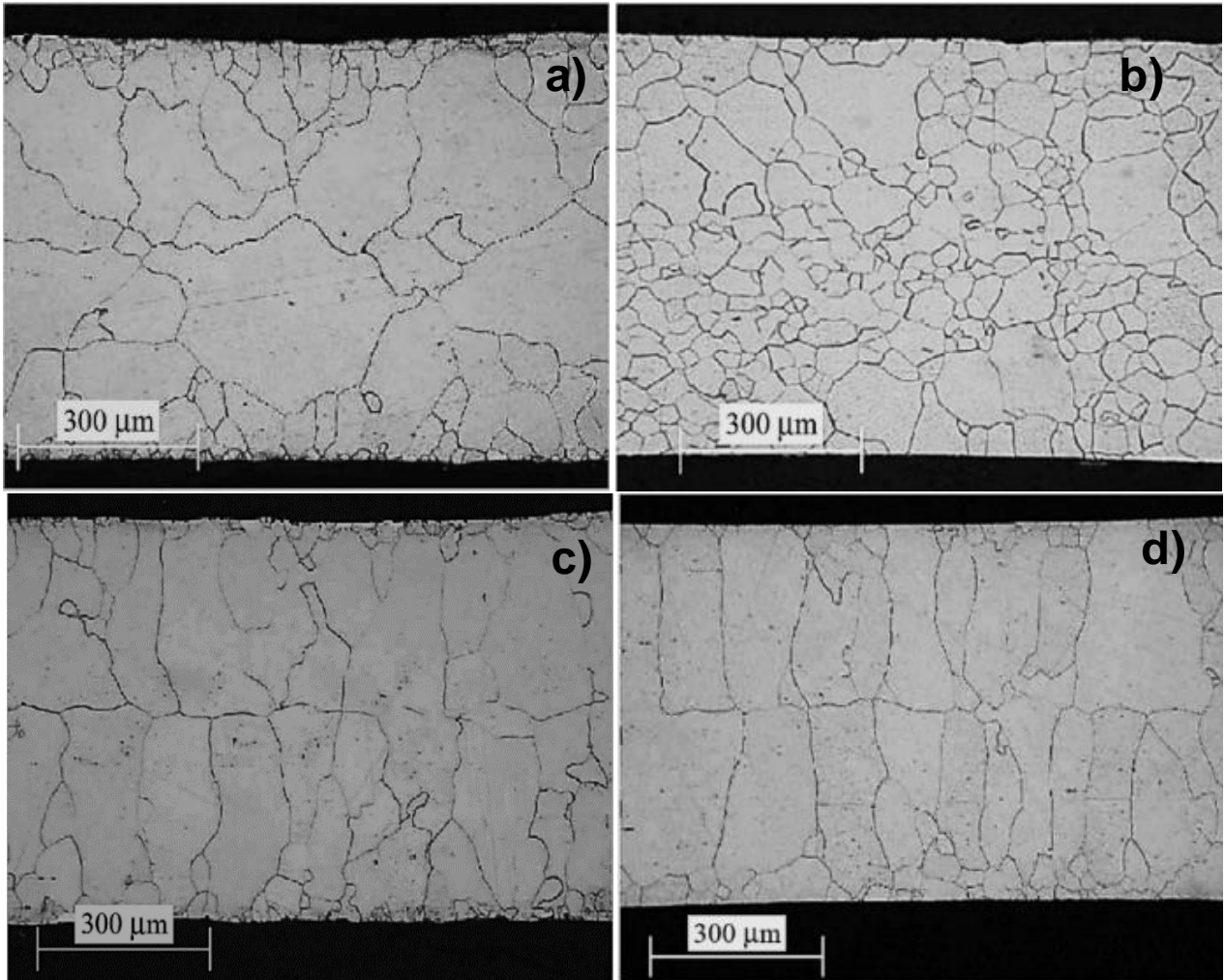
<b>Acero</b>	<b>t<sub>1</sub> (s)</b>	<b>T<sub>1</sub> (°C)</b>	<b>t<sub>2</sub> (s)</b>	<b>T<sub>2</sub> (°C)</b>
<b>SP</b>	120-140	870-890	210-240	800-820
<b>FP</b>	130-150	900-920	240-270	810-830

La Figura 11 muestra una comparación entre las microestructuras de los aceros producidos industrialmente mediante la ruta de procesamiento típica y las microestructuras de los aceros obtenidos a partir del recocido en dos etapas propuesto por Kováč y col. [13]. Como se puede observar, los aceros fabricados industrialmente exhiben microestructuras que consisten en granos de  $\alpha$ -Fe con morfología equiaxial (Figuras 11a y 11b), estos resultados son similares a los reportados por Gutiérrez [18], en aceros producidos industrialmente mediante la ruta típica (Figura 1). Por otra parte, los aceros procesados mediante el recocido propuesto por este autor [13], resultan en una microestructura consistente de granos de ferrita con morfología columnar Figuras 11c y 11 d.

El crecimiento de grano columnar desarrollado durante el recocido a temperaturas dentro del rango bifásico ( $Ac_1 < T < Ac_3$ ), fue atribuido a la transformación de fase inducida por la decarburación. Debido a que el crecimiento columnar inicia en la superficie de la muestra, los granos de  $\gamma$ -Fe superficiales transforman a granos de  $\alpha$ -Fe como resultado de la decarburación. Esta transformación resulta en un gradiente de concentración de C a través del espesor. Los granos crecen conforme la decarburación avanza en una dirección paralela a la dirección de la remoción del C. Después de que la decarburación ha terminado ( $T_2$ ,  $t_2$ ), junto con el gradiente composicional, la microestructura es completamente ferrítica con granos de morfología columnar como se observa en las Figuras 11c y 11 d.

Durante el recocido de decarburación industrial, el cual se realiza a  $T < Ac_1$ , la remoción del C es más lenta y ocurre dentro del campo de estabilidad de una sola

fase ( $\alpha$ -Fe), lo cual no favorece la formación de un gradiente composicional a través del espesor del material. Como resultado, se obtienen microestructuras de granos equiaxiados después del recocido [13].



*Figura 11. Comparación entre la microestructura de aceros producidos industrialmente mediante la ruta de procesamiento típica: a) SP y b) FP, y la microestructura de aceros obtenidos mediante el recocido en dos etapas c) SP y d) FP [13].*

Los trabajos descritos anteriormente [13-15], así como la mayoría de las investigaciones enfocadas a explicar el crecimiento columnar [8, 11, 15], han sido realizadas mediante “cambios en el método de recocido” de la ruta de proceso convencional, de láminas de aceros eléctricos obtenidas después del proceso de laminación en frío o de temple (*temper rolling*). Por otra parte, como se describirá

en la siguiente sección, este tipo de microestructura también puede ser obtenido mediante una ruta de procesamiento diferente.

#### **I.2.4. Crecimiento columnar durante el recocido intercrítico de aceros eléctricos laminados en caliente**

Gutiérrez y Salinas [12], desarrollaron un método de procesamiento alternativo para promover el crecimiento de grano columnar con una intensa textura (001)[100], en aceros eléctricos “laminados en caliente”, mediante recocido isotérmico en la región bifásica.

Las muestras de acero eléctrico laminado en caliente de 2.3 mm de espesor, fueron obtenidas a partir de un rollo de acero comercial fabricado por una empresa acerera nacional. La composición química del acero utilizado se muestra en la Tabla 6.

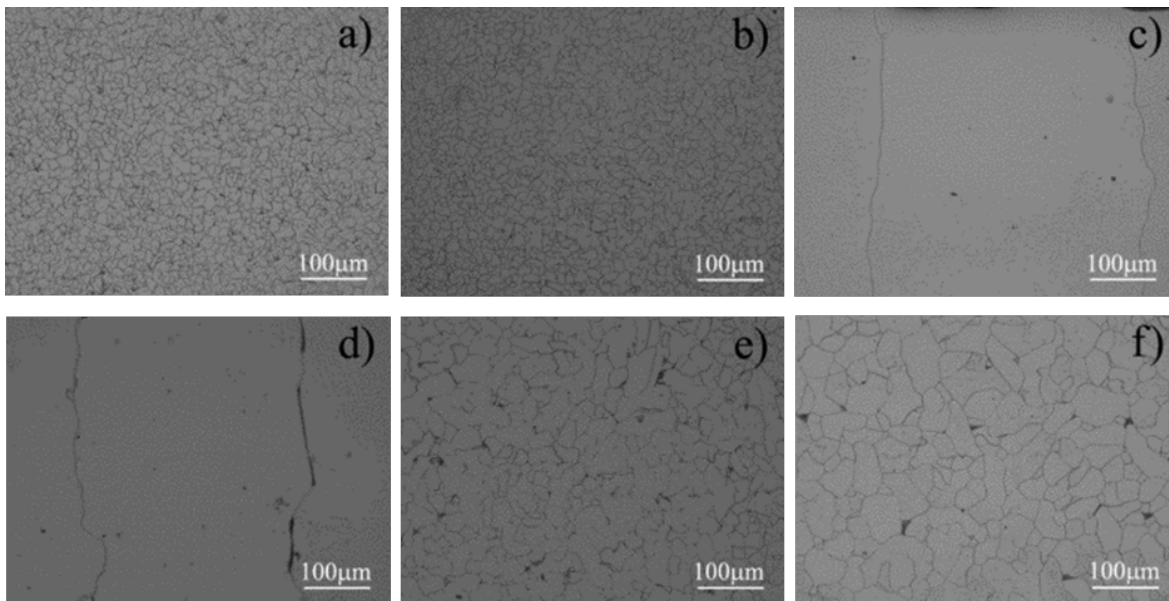
*Tabla 6. Composición química (% peso) de acero eléctrico no orientado [12].*

<b>C</b>	<b>Si</b>	<b>Al</b>	<b>P</b>	<b>Mn</b>	<b>S</b>	<b>Cu</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>
0.05	0.57	0.21	0.042	0.32	0.004	0.029	0.019	0.029

A diferencia del proceso convencional de fabricación, el proceso alternativo reportado por Gutiérrez y Salinas [12] involucra el tratamiento térmico del acero laminado en caliente. Es decir, la decarburación se realiza antes del proceso de laminación en frío o del temple (*temper rolling*) como se realiza en el proceso típico.

El tratamiento térmico se realizó a temperaturas entre 700 y 1050 °C durante tiempos de permanencia entre 10 y 150 min. Los experimentos se realizaron en una atmósfera oxidante (aire), utilizando una velocidad de calentamiento de 15 °C/min y enfriamiento en aire. Después del tratamiento térmico, los aceros fueron deformados hasta un espesor de 0.5 mm, y finalmente sometidos a tratamiento térmico en la región intercrítica durante distintos tiempos.

La Figura 12 muestra el efecto de la temperatura sobre la microestructura de muestras recocidas durante 150 min, debido que a este tiempo de recocido se observaron los cambios microestructurales más significativos. Las temperaturas críticas reportadas para este acero fueron  $Ac_1=740\text{ }^\circ\text{C}$  y  $Ac_3=950\text{ }^\circ\text{C}$  [12], por lo tanto, como se puede apreciar en esta Figura, el recocido a temperaturas cercanas a  $Ac_1$  causa solo un pequeño cambio en el tamaño de grano al compararlo con la condición inicial (comparar Figuras 12a y 12b). En contraste, las muestras recocidas a 800 y 850  $^\circ\text{C}$  ( $Ac_1 < T < Ac_3$ ), exhiben una microestructura peculiar que consiste de granos de ferrita columnares (Figuras 12c y 12d). Finalmente, las muestras recocidas a  $T \geq 950\text{ }^\circ\text{C}$  ( $T \geq Ac_3$ ), exhiben microestructuras de granos de ferrita equiaxiales con tamaño de grano más grande al observado en el material de llegada o en las muestras recocidas a  $T < Ac_1$  (Figuras 12e y 12f).



*Figura 12. Efecto de la temperatura sobre la microestructura del acero eléctrico laminado en caliente recocido durante 150 min: a) condición inicial "laminado en caliente", b) 700  $^\circ\text{C}$ , c) 800  $^\circ\text{C}$ , d) 850  $^\circ\text{C}$ , e) 950  $^\circ\text{C}$  y f) 1050  $^\circ\text{C}$  [12].*

De acuerdo con los resultados de la Figura 13, el crecimiento de grano columnar ocurre bajo condiciones isotérmicas, y el efecto es más significativo para tiempos de recocido más largos (comparar Figura 13a con f).



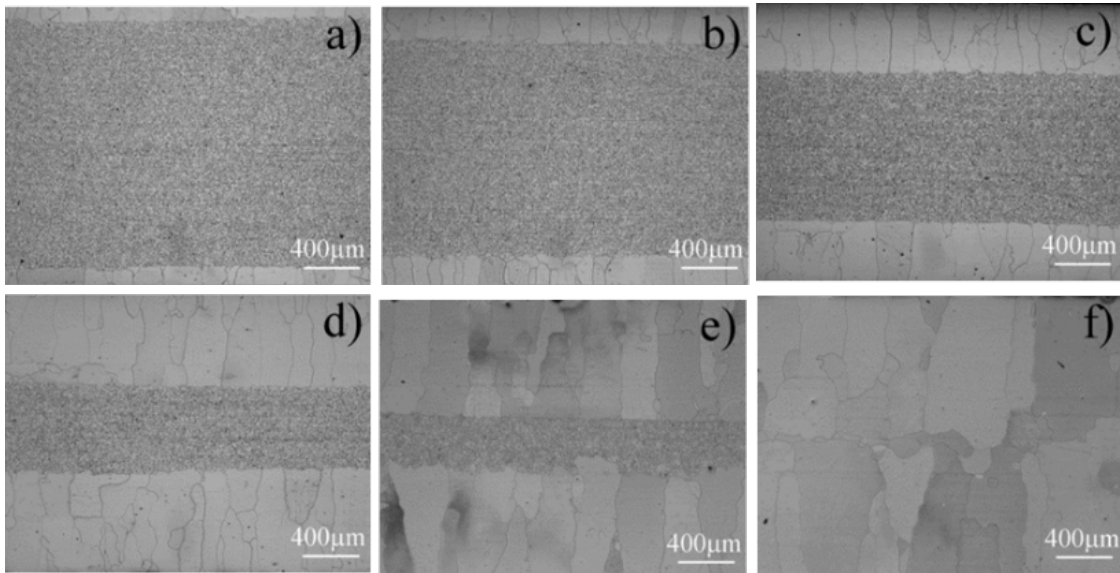


Figura 13. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos laminados en caliente recocidos a 850 °C: a) 10 min, b) 30 min, c) 60 min, d) 90 min, e) 120 min y 150 min [12].

El crecimiento columnar inicia en la superficie del acero y crece en dirección hacia el centro. Además, como se observa en la Figura 14, el crecimiento de grano columnar es acompañado por una reducción en el contenido de carbono.

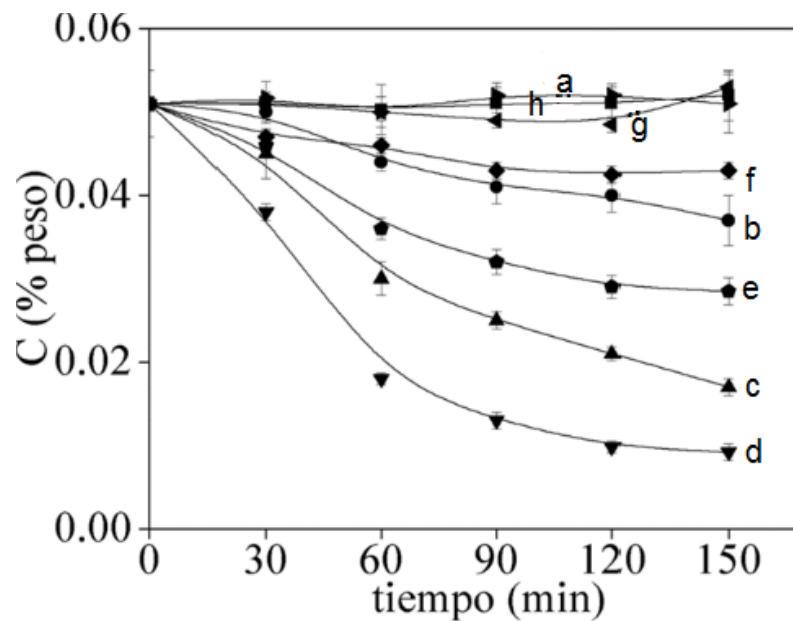
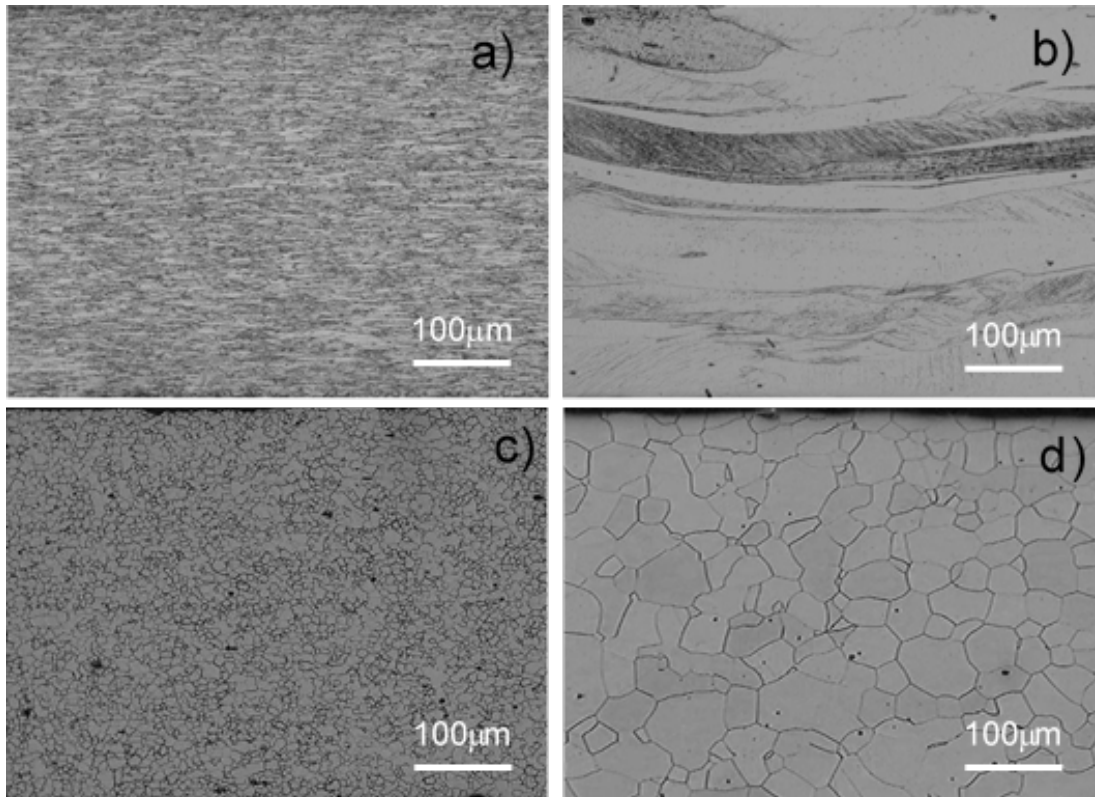


Figura 14. Evolución del contenido de C durante el recocido de banda caliente: a) 700 °C, b) 750 °C, c) 800 °C, d) 850 °C, e) 875 °C, f) 900 °C, g) 950 °C y h) 1050 °C [12].

La disminución del contenido de C en muestras tratadas térmicamente a temperaturas cercanas a  $Ac_1$  o  $T > Ac_3$ , es menos significativa que en muestras recocidas a  $Ac_1 < T < Ac_3$ . A partir de estos resultados se concluyó que el crecimiento de grano columnar es favorecido por la transformación de fase  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$  inducida por la decarburación [12]. Estos resultados son similares a los obtenidos por Kováč y col. [13, 15], aunque es importante señalar que, en este caso, no se requirió de un ciclo térmico escalonado para el desarrollo de granos columnares.

La Figura 15 presenta una comparación entre la microestructura de muestras sin y con recocido de banda caliente, obtenidas después del proceso de laminación en frío y del recocido intercrítico final de la ruta de procesamiento alterna [12]. Como se puede observar, el tamaño de grano obtenido después del recocido final en muestras sin recocido de banda caliente, es significativamente más pequeño que el de muestras con este tratamiento previo a la deformación en frío (izquierda). Así mismo, es claro que las muestras con recocido de banda caliente en las cuales se desarrolló el crecimiento columnar (derecha), resultan en granos de morfología equiaxial después de la deformación en frío y del recocido final subsecuente [12].

Estos resultados sugieren que la deformación plástica que sufre el acero durante proceso de laminación en frío puede causar cambios importantes en la cinética de la transformación de fase ( $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$ ) o de la decarburación, o incluso producir cambios importantes en la energía almacenada a través del espesor del acero, que afectan de manera negativa el desarrollo de granos columnares durante el recocido intercrítico final [12].



*Figura 15. Microestructura de muestras (izquierda) sin y (derecha) con recocido de banda caliente a 850 °C durante 150 min, obtenidas después de a, b) laminación en frío, y c, d) tratamiento térmico subsecuente a temperaturas dentro del rango bifásico [12].*

De acuerdo con los trabajos descritos en el Capítulo I, se puede concluir que para promover el crecimiento columnar en aceros eléctricos no orientados, es necesario la existencia de un gradiente (a través del espesor), el cual representa la fuerza motriz para dicho crecimiento. Este gradiente puede ser composicional [13], térmico [14] o de energía almacenada [15]. Por lo tanto, para establecer los factores que inhiben el crecimiento columnar durante la ruta de procesamiento alterna reportada por Gutiérrez y Salinas [12] se requiere conocer los efectos de la deformación plástica y del recocido intercrítico sobre dichos gradientes, lo cual representa el objetivo principal del presente trabajo de investigación. A continuación se describe detalladamente la metodología empleada para el desarrollo del trabajo.

## **CAPÍTULO II. METODOLOGÍA EMPLEADA PARA INVESTIGAR LOS EFECTOS DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA Y DEL RECOCIDO INTERCRÍTICO SOBRE LA INHIBICIÓN DEL CRECIMIENTO COLUMNAR DE GRANOS DE FERRITA**

La metodología fue diseñada de tal manera que se pudieran investigar los efectos de la deformación plástica y del tiempo del tratamiento térmico, sobre los factores que inhiben el crecimiento de grano columnar en aceros eléctricos de grano no orientado.

Se utilizaron muestras de acero eléctrico no orientado laminado en caliente de 2.4 mm de espesor, el cual fue fabricado y proporcionado por una empresa acerera nacional. Las dimensiones de la muestra del material de llegada, la cual fue cortada a partir de un rollo de acero comercial con una guillotina industrial, fueron de 1.2 m de largo x 90 cm de ancho x 2.4 mm de espesor. Estas muestras fueron posteriormente cortadas a dimensiones de 2 cm de ancho x 35 cm de longitud, decapadas y deformadas mediante laminación en frío. Las muestras deformadas fueron cortadas a dimensiones de 2 cm de ancho x 2.5 cm de longitud, y finalmente tratadas térmicamente a una temperatura dentro del campo bifásico. Las láminas tratadas térmicamente fueron decapadas en una solución de HCl (10 %) y preparadas para su caracterización por distintas técnicas. La Figura 16 muestra la metodología utilizada para el desarrollo de este trabajo. A continuación, se describen las variables de estudio y las técnicas de caracterización utilizadas para el desarrollo del proyecto.

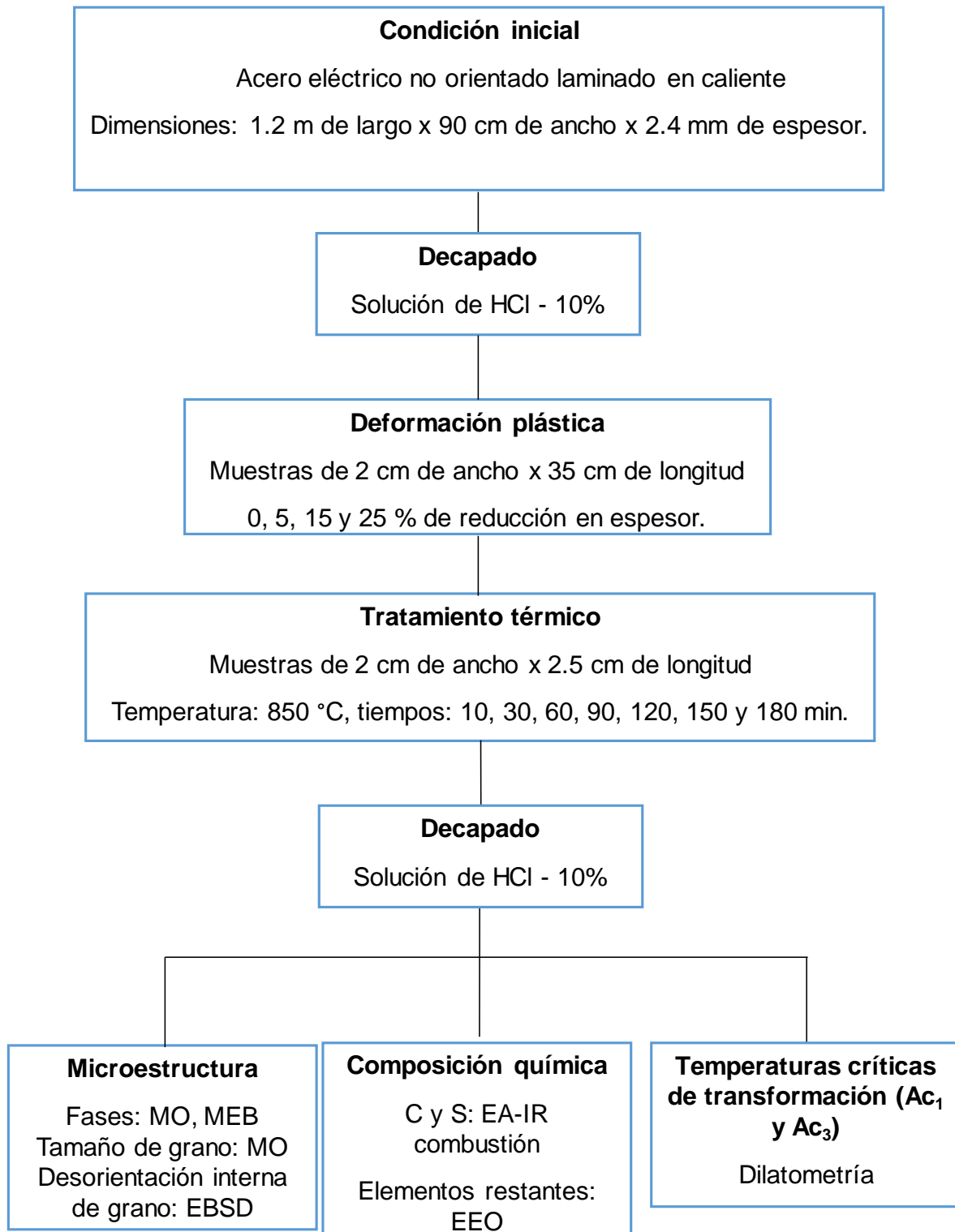


Figura 16. Metodología utilizada para el desarrollo de esta tesis.

## **II.1. Variables de estudio**

A continuación, se detallan las variables de estudio utilizadas en cada etapa del procesamiento.

### **II.1.1. Deformación plástica mediante laminación en frío**

La Tabla 7 muestra las variables de estudio utilizadas en este trabajo. Con el fin de estudiar el efecto de la deformación plástica sobre el crecimiento de grano columnar, las muestras de acero eléctrico laminado en caliente (2 cm de ancho x 35 cm de longitud x 2.4 mm de espesor), fueron primeramente decapadas con el fin de eliminar el óxido formado durante la laminación en caliente, y posteriormente sometidas a reducciones en espesor de 5, 15 y 25% mediante laminación en frío (temperatura ambiente). Adicionalmente, se procesó una muestra sin deformación plástica, "laminada en caliente", la cual fue identificada como 0% (Tabla 7). La laminación en frío se realizó a una velocidad de 10 rpm en un molino de laboratorio HILLE Helicon MK4 (Instituto Tecnológico de Saltillo), el cual se muestra en la Figura 17. La distancia entre los rodillos fue modificada mediante un panel de control, con el fin de obtener las reducciones en el espesor deseadas para cada condición de deformación plástica.

### **II.1.2. Tratamiento térmico intercrítico**

La muestra de acero eléctrico laminado en caliente (0%) así como las muestras deformadas plásticamente con 5, 15 y 25% de reducción en espesor, fueron sometidas a tratamiento térmico a 850 °C (temperaturas dentro del campo bifásico), durante tiempos de permanencia de 10, 30, 60, 90, 120, 150 y 180 min (Tabla 7) considerando tiempos y temperaturas iguales a las utilizadas por Gutiérrez y Salinas [12] para el desarrollo de granos columnares en la región bifásica en muestras con 0% de deformación plástica. Los experimentos se realizaron por triplicado en atmósfera no controlada (aire) utilizando un horno-mufla *Thermolyne* modelo 1300 (Figura 18).

La finalidad del tratamiento térmico de recocido, es estudiar los cambios microestructurales producidos en el acero (tamaño y estructura de grano, tamaño y morfología del microconstituyente perlita y evolución del C) en función de la deformación plástica.

*Tabla 7. Condiciones de la deformación plástica y el tratamiento térmico.*

Reducción en espesor (%)		tiempo (min)						
		t <sub>1</sub>	t <sub>2</sub>	t <sub>3</sub>	t <sub>4</sub>	t <sub>5</sub>	t <sub>6</sub>	t <sub>7</sub>
		10	30	60	90	120	150	180
*D <sub>0</sub>	0	D <sub>0</sub> t <sub>1</sub>	D <sub>0</sub> t <sub>2</sub>	D <sub>0</sub> t <sub>3</sub>	D <sub>0</sub> t <sub>4</sub>	D <sub>0</sub> t <sub>5</sub>	D <sub>0</sub> t <sub>6</sub>	D <sub>0</sub> t <sub>7</sub>
D <sub>1</sub>	5	D <sub>1</sub> t <sub>1</sub>	D <sub>1</sub> t <sub>2</sub>	D <sub>1</sub> t <sub>3</sub>	D <sub>1</sub> t <sub>4</sub>	D <sub>1</sub> t <sub>5</sub>	D <sub>1</sub> t <sub>6</sub>	D <sub>1</sub> t <sub>7</sub>
D <sub>2</sub>	15	D <sub>2</sub> t <sub>1</sub>	D <sub>2</sub> t <sub>2</sub>	D <sub>2</sub> t <sub>3</sub>	D <sub>2</sub> t <sub>4</sub>	D <sub>2</sub> t <sub>5</sub>	D <sub>2</sub> t <sub>6</sub>	D <sub>2</sub> t <sub>7</sub>
D <sub>3</sub>	25	D <sub>3</sub> t <sub>1</sub>	D <sub>3</sub> t <sub>2</sub>	D <sub>3</sub> t <sub>3</sub>	D <sub>3</sub> t <sub>4</sub>	D <sub>3</sub> t <sub>5</sub>	D <sub>3</sub> t <sub>6</sub>	D <sub>3</sub> t <sub>7</sub>

\*Temperatura de recocido 850 °C.

\*D<sub>0</sub>: Acero eléctrico laminado en caliente, sin deformación plástica.

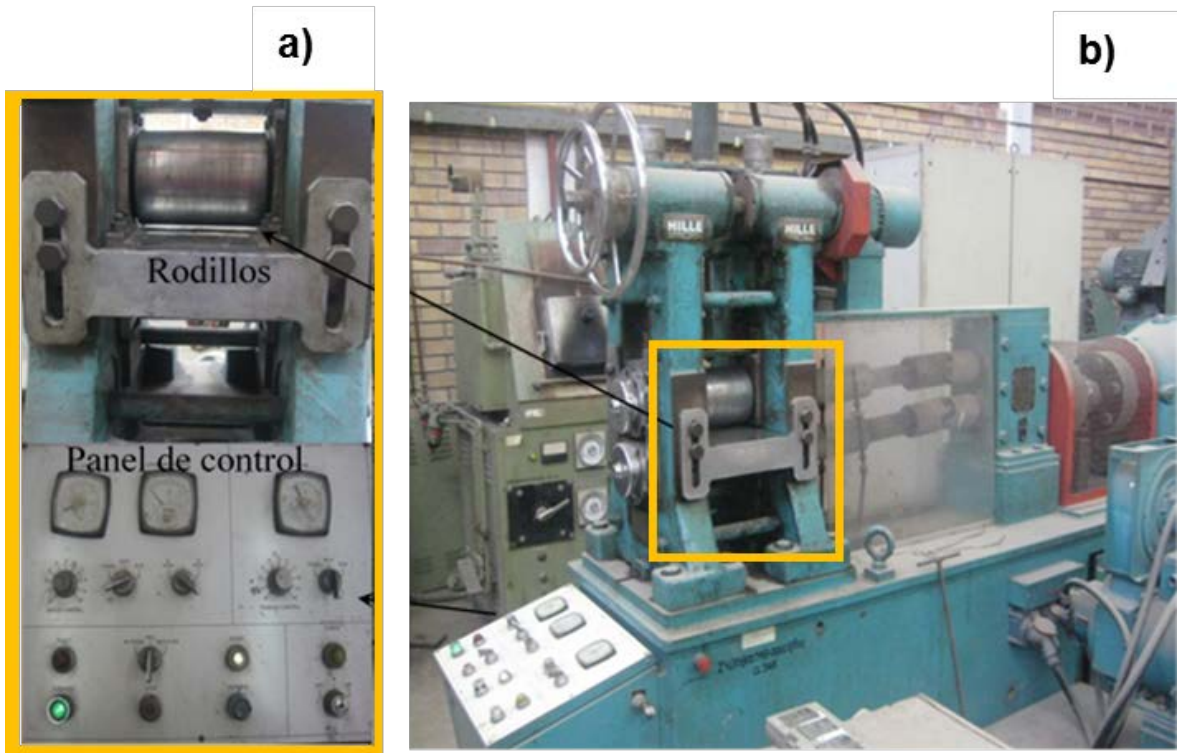


Figura 17. a) Ampliación de rodillos de laminación y panel de control, b) molino de laminación HILLE Helicon MK4.



Figura 18. Horno-mufla Thermolyne modelo 1300.



## **II.2. Técnicas de caracterización**

A continuación, se describen las técnicas utilizadas para la caracterización química y microestructural del acero, en las distintas etapas de procesamiento.

### **II.2.1. Análisis químico**

La evolución del contenido de C, se determinó en función de la deformación plástica y del tiempo de tratamiento térmico, con el fin de investigar si la velocidad a la cual el C es removido del acero tiene un efecto sobre la inhibición del crecimiento de grano columnar.

Los cambios en el contenido de C se evaluaron en un determinador simultáneo de carbono y azufre (C y S), marca LECO modelo CS 230 (Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN) (Figura 19), el cual analiza contenidos de carbono desde 4 ppm y hasta 3.5% en peso, con una precisión de 2 ppm. Las mediciones se realizaron en base al método de espectrometría de absorción infrarroja por combustión de acuerdo a las especificaciones de la norma ASTM E-1019 [19]. La cantidad de material utilizado en cada análisis fue de 1 g (considerando el espesor total de la muestra) y el valor reportado es el promedio obtenido a partir de 3 mediciones.

Los contenidos de los elementos restantes fueron determinados mediante espectrometría de emisión óptica de acuerdo a la norma ASTM E-415 [20]. Los análisis se realizaron en un espectrofotómetro de emisión óptica por chispa marca Spectro modelo LabS (Figura 20) (Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN). Los análisis se realizaron por duplicado en muestras de 2 cm de ancho x 2.5 cm de longitud, de tal forma que el valor reportado es el promedio obtenido de las dos mediciones.



Figura 19. Determinador simultáneo de C y S marca Leco modelo CS 230.



Figura 20. Espectrofotómetro de emisión óptica por chispa marca Spectro modelo LabS.

### II.2.1.1. Cinética de decarburación durante el recocido intercrítico

El contenido de carbono en el acero experimental es de 0.054% en peso, mismo que permanece constante durante el proceso de laminación (5, 15 y 25% de reducción en espesor) debido a que la decarburación del acero no ocurre a temperatura ambiente. Durante el tratamiento térmico, el C presente en el acero puede reaccionar con el oxígeno y ser removido del acero en forma de CO y CO<sub>2</sub> (decarburación). A partir de los contenidos de carbono promedio obtenidos después del tratamiento térmico en función del tiempo y del grado de deformación plástica, se determinó la cinética de la decarburación utilizando el modelo establecido por Wagner [21] y desarrollado con algunas consideraciones simplificadas por Swisher [22], Pyyry y Kettunen [23]. Este modelo, describe la cinética de la decarburación de aleaciones Fe-C con transformación de fase, a temperaturas donde la microestructura del acero está constituida por una mezcla de  $\alpha$ -Fe +  $\gamma$ -Fe, mediante la siguiente ecuación [21]:

$$\bar{C} = C_i - \frac{1}{a} \sqrt{\frac{6D_f C_b t}{3C_i - bC_b}} \left( C_i - \frac{C_b}{2} \right) \quad (1)$$

donde  $\bar{C}$  es la concentración de C promedio después de la decarburación,  $C_i$  es la concentración de C inicial,  $a$  es la mitad del espesor de la lámina en cm,  $D_f$  es el coeficiente de difusión del C en ferrita ( $\alpha$ -Fe) en cm<sup>2</sup>/s,  $C_b$  es la concentración de C en ferrita ( $\alpha$ -Fe) en equilibrio con austenita ( $\gamma$ -Fe),  $t$  es el tiempo en s y la constante  $b$  puede ser 2 de acuerdo a Swisher [22] y 3 de acuerdo a Pyyry y Kettunen [23]. Todas las concentraciones de C están en % peso.

Además, de acuerdo a Smith y Swisher,  $D_f$  y  $C_b$  pueden ser obtenidos mediante las siguientes ecuaciones [22, 24]:

$$D_f = 0.256 e^{-24,200/RT} \quad (2)$$

$$C_b = 0.1295 - 1.099 \times 10^{-4} T \quad (3)$$

donde  $R$  es la constante universal de los gases (1.986 cal/mol·K) y  $T$  es la temperatura del tratamiento térmico en Kelvin.

Finalmente, los contenidos de carbono obtenidos experimentalmente ( $C_{exp}$ ), fueron comparados con los calculados con el modelo cinético ( $C_{mod}$ ) descrito anteriormente.

### II.2.2. Caracterización microestructural

La caracterización de la microestructura se realizó mediante microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB). Para la observación microscópica, las muestras fueron primeramente preparadas mediante técnicas de metalografía convencionales. Se montaron en resina epóxica (baquelita) y se desbastaron utilizando papel abrasivo de carburo de silicio marca Struers (No. 120 a 2400). Posteriormente, las muestras fueron pulidas con pasta de diamante (3, 1 y  $\frac{1}{4}$   $\mu\text{m}$ ), y finalmente con sílica coloidal (0.05  $\mu\text{m}$ ). Para revelar la microestructura, las muestras fueron atacadas químicamente con una solución de Nital al 10% mediante inmersión durante 3 s. Los análisis mediante microscopía óptica se realizaron en un microscopio óptico Olympus GX51 (Figura 21). Los cambios de la microestructura se evaluaron en secciones paralelas a la dirección de laminación mediante análisis de imágenes con ayuda del programa *Stream Essentials*.



Figura 21. Microscopio Olympus GX51.

El tamaño de grano promedio en muestras con crecimiento normal (continuo), se midió mediante el método de intercepción, utilizando patrones circulares, en base a la norma ASTM E-112 [25].

La cuantificación del microconstituyente perlita, se realizó por diferencias de contraste con la aplicación de límite manual “*Manual Threshold*”. En ambos casos, se realizaron 20 mediciones por muestra en imágenes adquiridas con objetivos de 100x, de tal forma que el valor reportado es el promedio obtenido a partir de 20 fotomicrografías. La Figura 22, muestra esquemáticamente la forma en que se realizaron estas mediciones.

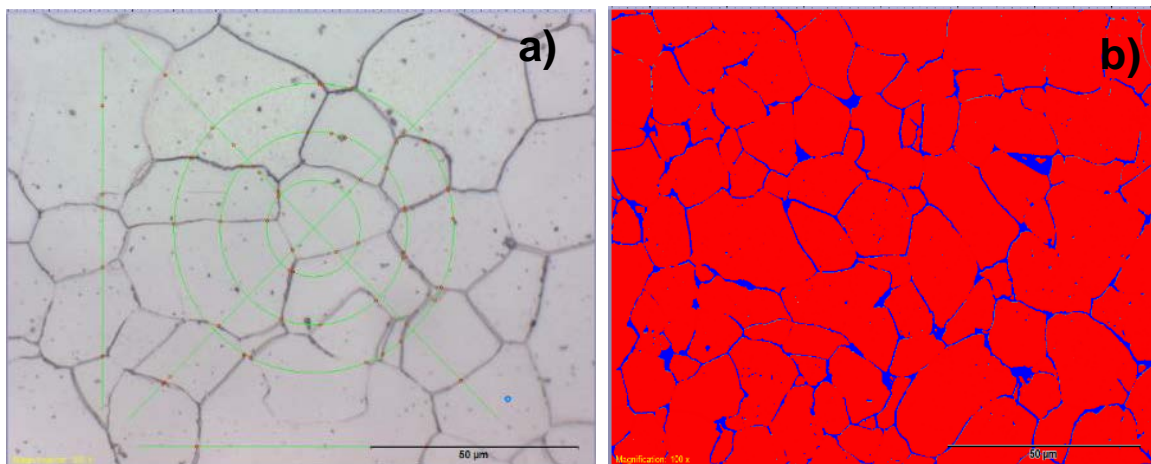
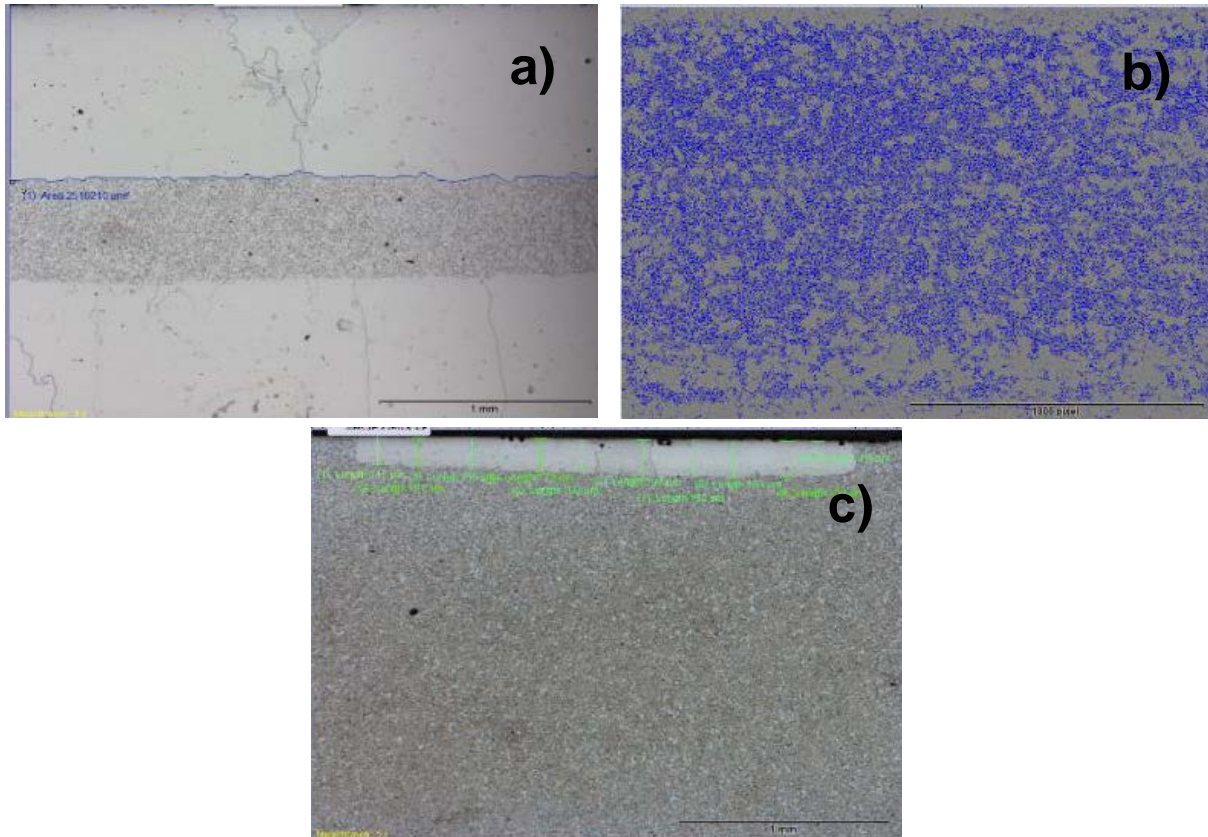


Figura 22. a) Medición del tamaño de grano y b) cuantificación de fases, mediante análisis de imágenes con el programa Stream Essentials.

En el caso de muestras que exhibieron crecimiento anormal (discontinuo) de grano, se midieron los porcentajes de granos anormales (equiaxiales y columnares), en función de la deformación plástica y del tiempo de tratamiento térmico.

En el caso particular de los granos columnares, se utilizó la herramienta de polígono de mano libre (*Free Hand Polygon*), mientras que el porcentaje de granos anormales equiaxiales, se midió de manera manual mediante segmentación de la imagen por contraste (*Adaptive Threshold*). Adicionalmente, se utilizó la herramienta de línea vertical (*Vertical Line*) para medir las longitudes de los granos columnares. Todas

estas mediciones se realizaron a partir de 10 fotomicrografías adquiridas con objetivos de 5x. La Figura 23 muestra esquemáticamente la forma en que se realizaron estas mediciones.



*Figura 23. Representación esquemática de la medición de: a, b) porcentajes de área durante el crecimiento de grano anormal (columnar, izquierda y equiaxial, derecha) y c) longitud de granos columnares.*

Finalmente, la morfología del agregado bifásico perlita se caracterizó en un microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6610LV (Figura 24), el cual cuenta con detectores de electrones retrodispersados (BSE) y electrones secundarios (SE). En este equipo se realizaron microanálisis puntuales, mediante un espectrómetro de dispersión de energía de rayos-X marca OXFORD INSTRUMENTS modelo X-MAX.



Figura 24. Microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6610LV.

#### II.2.2.1. Cinética de crecimiento anormal de grano

A partir de la fracción de granos columnares obtenida en función de la deformación plástica y del tiempo de tratamiento térmico, se determinó la cinética del crecimiento de grano anormal tanto columnar como equiaxial, mediante la ecuación de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) [26]:

$$X = 1 - \exp(-At^k) \quad (4)$$

donde  $X$  es la fracción de granos que crecen anormalmente. Las constantes  $A$  y  $k$  son determinadas experimentalmente.  $A$  representa el periodo de incubación, el cual está asociado con la formación de un núcleo [27]; y  $k$  es la constante cinética. La fracción de granos anormales, fue comparada con la ecuación JMAK graficando  $\ln[-\ln\{1/(1-X)\}]$  vs  $\ln t$ . A partir de la gráfica obtenida, se obtuvo el exponente  $n$  (constante cinética), mediante la pendiente de la línea recta obtenida.

### II.2.2.1. Cinética de crecimiento normal de grano

La mayoría de las teorías de crecimiento normal de grano (crecimiento continuo) conducen a una cinética de crecimiento de la forma [28]:

$$D - D_0 = ct^n \quad (5)$$

donde  $D$  es el tamaño de grano a un tiempo  $t$ ,  $D_0$  es el tamaño de grano inicial,  $c$  es una constante cinética y  $n$  es el exponente de crecimiento de grano. El valor de  $n$  depende de la composición química y de la temperatura [28], por lo que fue determinado para el acero eléctrico experimental bajo las condiciones de trabajo empleadas. El exponente  $n$  fue determinado bajo condiciones isotérmicas a  $T = 850$  °C (constante), a partir de valores de tamaño de grano obtenidos en función del tiempo de tratamiento térmico (5), graficando  $\ln(D-D_0)$  vs  $\ln t$ . A partir de la gráfica obtenida, se obtuvo el exponente  $n$  (constante cinética), mediante la pendiente de la línea recta obtenida.

### II.2.3. Determinación de las temperaturas críticas de transformación de fase

Las temperaturas críticas de transformación de fase en calentamiento continuo  $Ac_1$  y  $Ac_3$  de muestras en condición de llegada (0%) y de muestras deformadas plásticamente (5%, 15% y 25% de reducción en espesor), fueron determinadas mediante dilatometría. Estos análisis se realizaron con el fin de determinar si existe un desplazamiento de las mismas en función de la deformación plástica lo cual pudiera afectar la proporción de las fases ( $\alpha$ -Fe,  $\gamma$ -Fe) presentes a la temperatura de recocido establecida y contribuir con la inhibición del crecimiento columnar.

Los experimentos se realizaron por duplicado en un dilatómetro marca LINSEIS modelo L78 (Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN) (Figura 25), por lo que el valor reportado es el promedio obtenido a partir de ambas mediciones. Se utilizaron muestras de 3 mm de ancho x 9 mm de longitud, las cuales fueron



calentadas por inducción desde temperatura ambiente hasta 1200 °C a una velocidad de 100 °C/min. Los experimentos se realizaron al vacío evitando la oxidación del acero durante el tratamiento térmico.  $Ac_1$  y  $Ac_3$  fueron finalmente determinadas mediante el trazo de líneas paralelas a la región lineal de la curva de dilatación, como se muestra esquemáticamente en la Figura 26.



Figura 25. Dilatómetro marca LINSEIS modelo L78.

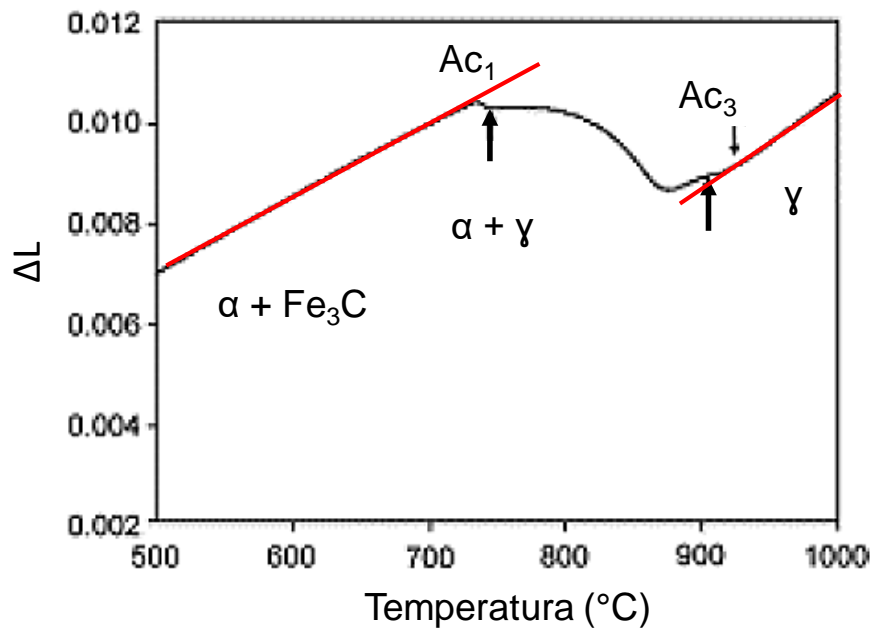


Figura 26. Temperaturas críticas de transformación  $Ac_1$  y  $Ac_3$  determinadas mediante dilatometría [29].

#### II.2.4. Análisis de desorientación interna

Los análisis de desorientación interna de grano se realizaron mediante difracción de electrones retrodispersados (EBSD, por sus siglas en inglés) y microscopía de imágenes de orientación (OIM, por sus siglas en inglés) en un microscopio electrónico de barrido marca Philips modelo XL30, equipado con un sistema TSL para mediciones de textura por EBSD.

Estos mapas fueron realizados con el fin de analizar la posible existencia de un gradiente de energía almacenada a través del espesor del acero en función de la deformación plástica, el cual pudiera afectar el crecimiento de grano columnar. Por lo tanto, los mapas de desorientación fueron obtenidos tanto en la superficie como en la mitad del espesor del acero.

Los mapas fueron obtenidos en un área de  $250 \mu\text{m}^2$ , utilizando un paso de  $1 \mu\text{m}$ . Las desorientaciones fueron determinadas a partir de variaciones en los ángulos de Euler dentro de un mismo grano [30]. Estos ángulos forman un conjunto de tres coordenadas angulares  $\phi_1$ ,  $\Phi$ , y  $\phi_2$ , que sirven para especificar la orientación de un sistema de referencia de ejes móviles, respecto a otro sistema de ejes fijos [30]. Las variaciones en los valores de los ángulos de Euler y el cálculo de los mapas de desorientación fueron obtenidos con el programa TSL-OIM 4.6.

La Figura 27 muestra un mapa de desorientación interna en el que los granos son coloreados dependiendo del grado de desorientación. Por ejemplo, los granos de color azul tienen las desorientaciones más bajas (cercasas a  $0.07^\circ$ ), seguidos de granos de color verde; aunque en este mapa no se presentan granos de color rojo, de acuerdo con la barra de colores adjunta si hubiera granos de dicho color tuvieran desorientaciones cercanas a  $3.8^\circ$  [31].

El grado de desorientación está relacionado con el grado de distorsión de la red cristalina, entre mayor sea la desorientación interna, mayor es la distorsión de la red y mayor la energía almacenada [30]. En el mapa de desorientación que se presenta

en la Figura 27 se observa que la mayoría de los granos tienen baja desorientación interna, lo cual es comúnmente observado en materiales recristalizados [32].

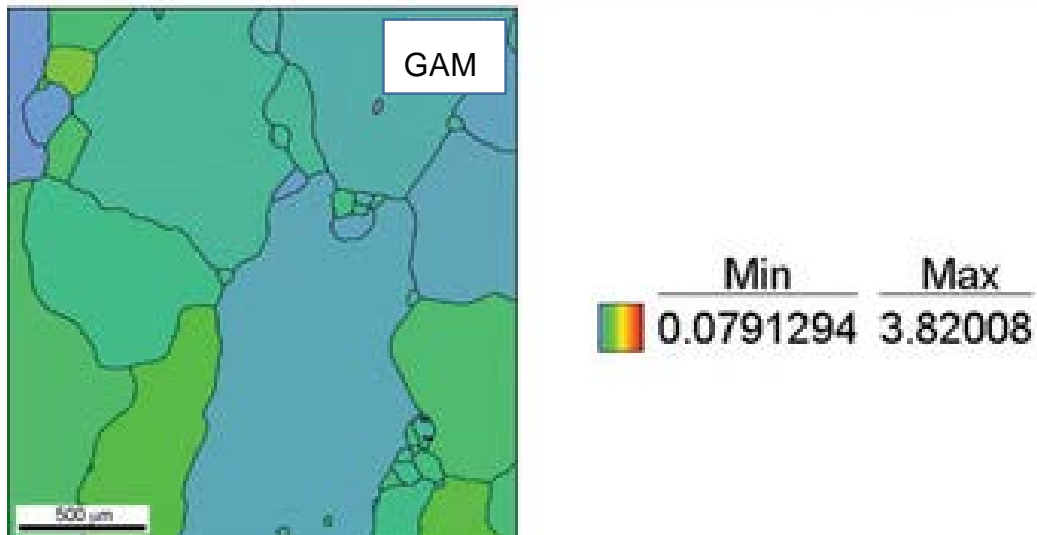


Figura 27. Mapa de desorientación interna de grano obtenido mediante EBSD [31].

## CAPÍTULO III. - DISCUSIÓN DE LOS EFECTOS CAUSADOS EN EL ACERO ELÉCTRICO NO ORIENTADO POR LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA Y EL RECOCIDO INTERCRÍTICO

### III.1. Caracterización del material de llegada

#### III.1.1. Composición química

La Tabla 8 presenta la composición química obtenida experimentalmente en el acero eléctrico no orientado laminado en caliente utilizado en este estudio. Como se puede observar, el acero utilizado presenta bajo contenido de carbono (0.054% C). Betania [9], reportó que los contenidos de Si y Al en un acero de bajo carbono convencional (0.068% C, SAE 1008) son de 0.01 y 0.046 % peso, respectivamente. Por lo tanto, los resultados obtenidos indican que las cantidades de Si y Al son superiores a los observados en los aceros de bajo carbono ordinarios. Estos dos elementos son agregados intencionalmente para incrementar la resistividad eléctrica [33, 34]. Beckley [35], reportó que las pérdidas de energía en estos aceros son inversamente proporcionales a la resistividad eléctrica, por lo tanto, estos elementos se utilizan para disminuir las pérdidas de energía del acero durante la operación [33, 35].

*Tabla 8. Composición química del acero experimental (% peso).*

<b>C</b>	<b>Si</b>	<b>Al</b>	<b>Mn</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Cu</b>	<b>Mo</b>	<b>Nb</b>	<b>Ti</b>
0.054	0.566	0.308	0.545	0.009	0.0118	0.168	0.001	0.0002	0.006

#### III.1.2. Microestructura

Antes de evaluar los cambios microestructurales producidos por la deformación plástica y el tratamiento térmico, se requiere conocer la condición original del material utilizado.

La Figura 28 muestra las características microestructurales del acero laminado en caliente, como se puede observar, la microestructura consiste de granos de ferrita

equiaxiales muy finos con un tamaño promedio de  $17\ \mu\text{m}$  (Figura 28a). Así mismo, se observan regiones del microconstituyente perlita ( $\alpha\text{-Fe} + \text{Fe}_3\text{C}$ ) entre granos de ferrita y partículas de  $\text{Fe}_3\text{C}$  formadas en los límites de granos de ferrita (Figura 28b). La cantidad de partículas libres de  $\text{Fe}_3\text{C}$  y colonias de perlita, fue alrededor de 2.5% vol. Adicionalmente, en la Figura 28c se observa la presencia de Si y Al en la matriz del acero; como se mencionó anteriormente, estos elementos son agregados intencionalmente al acero con el fin de mejorar su comportamiento magnético [33-35].

En la Figura 29 se presentan los mapas de desorientación interna obtenidos en el material de llegada a distintas posiciones del espesor: superficie y centro. Aproximadamente el 82% de los granos en la superficie presentan desorientaciones menores o iguales que  $0.77^\circ$ , alrededor del 18% muestran desorientaciones entre  $0.78^\circ$  y  $1.47^\circ$ , mientras que el resto exhibe desorientaciones entre  $1.48^\circ$  y  $2.16^\circ$ . En contraste, aproximadamente el 98% de los granos de ferrita presentes a la mitad del espesor tienen desorientaciones menores a  $1.02^\circ$ , lo cual indica que la superficie del acero está ligeramente más deformada que el centro de la pieza.

Es importante recordar que el acero en condición de llegada fue procesado mediante laminación en caliente. Cuando la temperatura de laminación es lo suficientemente alta puede ocurrir la recristalización de la austenita deformada [27, 36], dando como resultado granos de ferrita con bajas desorientaciones durante la transformación de  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$  que ocurre en el enfriamiento [30, 37]. Por el contrario, si la temperatura de trabajo es baja, la recristalización de la austenita no ocurre y la ferrita resultante de la transformación exhibirá desorientaciones más elevadas debido a la presencia de esfuerzos residuales antes de la transformación [36].

Los resultados obtenidos en el material de llegada indican que la temperatura de laminación fue superior a la temperatura de recristalización de la austenita resultando en granos de ferrita (producida por transformación de fase) equiaxiados con desorientaciones muy pequeñas. Así mismo, se observa que el grado de desorientación interna es ligeramente más alto en la superficie del acero, lo cual

podiera estar relacionado con la fricción entre los rodillos y la lámina [38]. En el trabajo realizado por Merwin y Johnson [39] se demostró que el grado de deformación interna a través del espesor de un acero laminado en frío no era homogéneo; siendo el material mayoritariamente deformado en la superficie del acero como resultado de la fricción entre el acero y el rodillo.

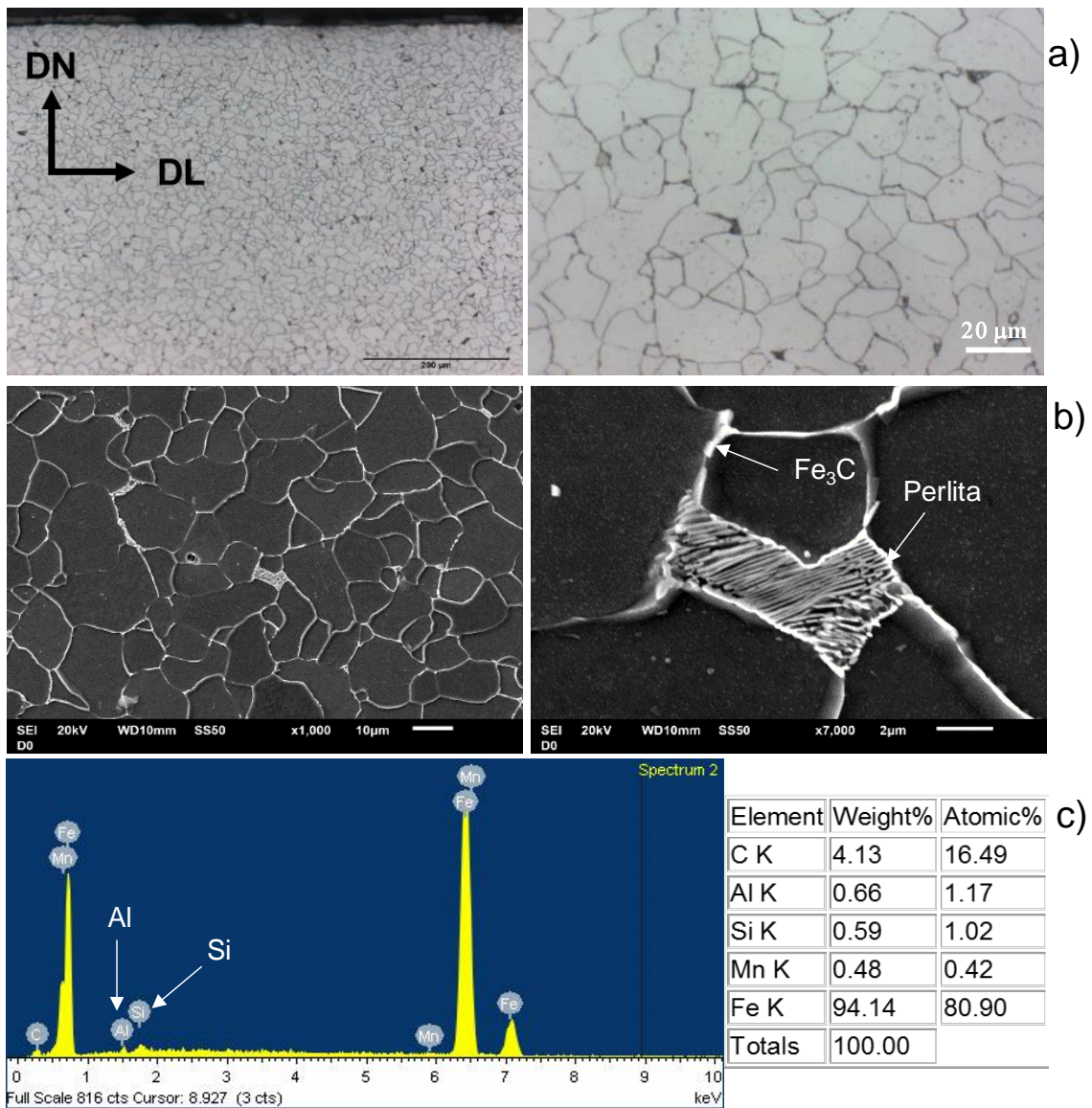


Figura 28. Características microestructurales del acero eléctrico laminado en caliente “condición inicial”: a) microestructura, b) cementita en límites de grano de ferrita y microconstituyente perlita entre granos de ferrita y c) espectrograma EDS y análisis semicuantitativo obtenido en la matriz.

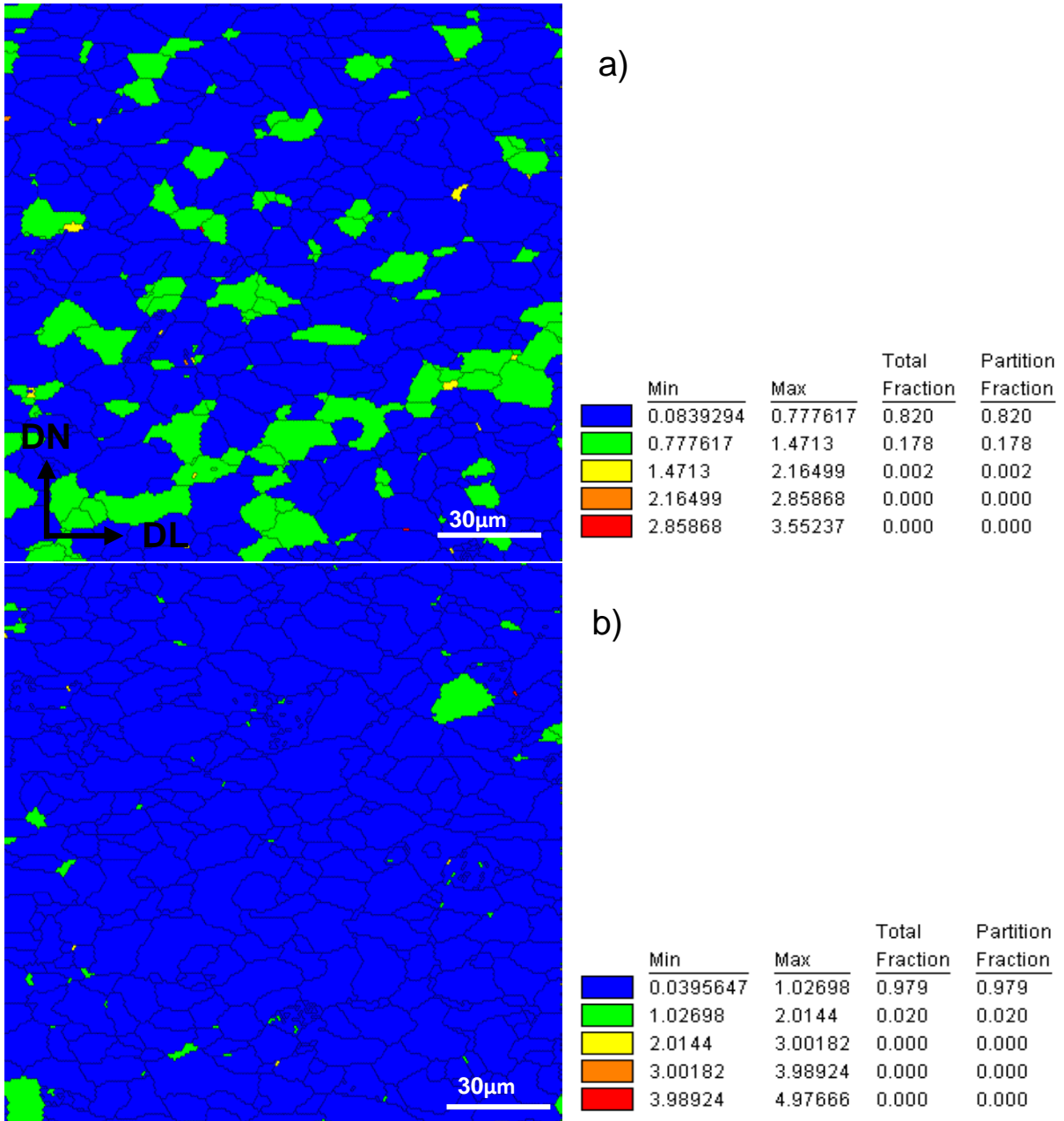
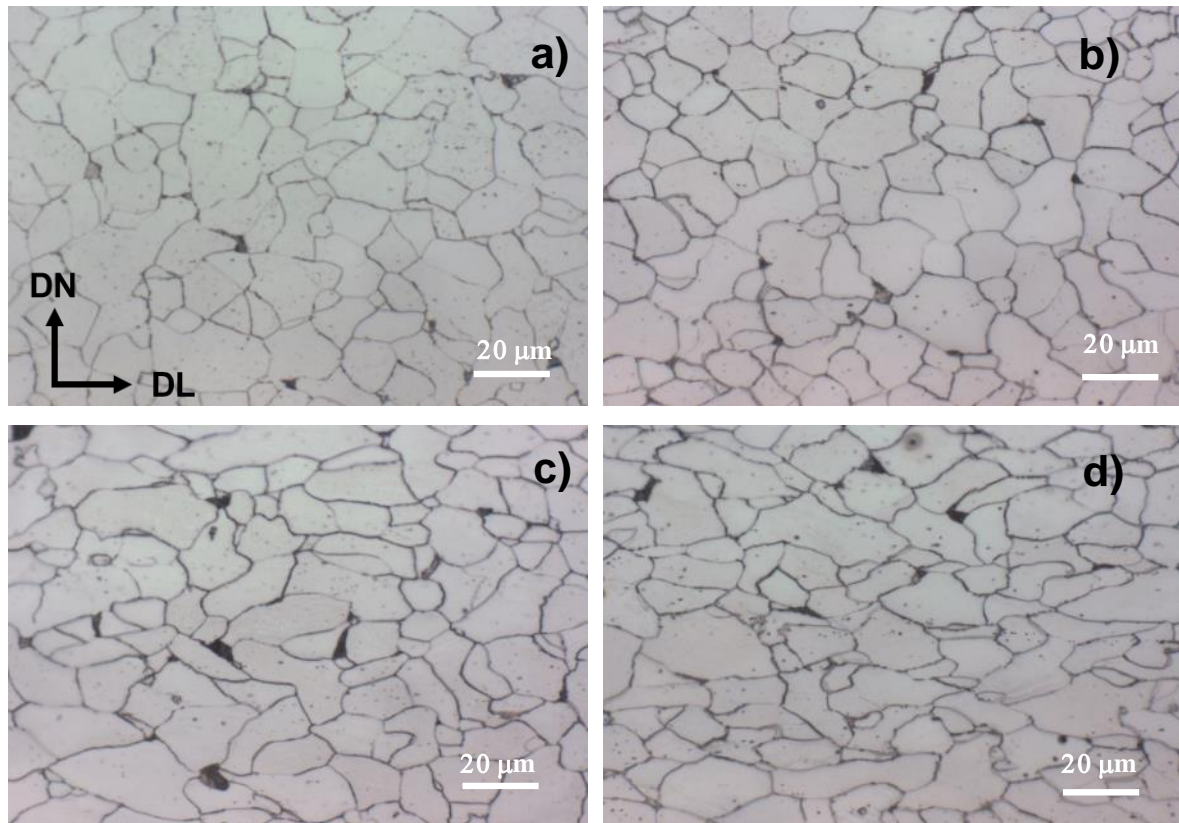


Figura 29. Mapas de desorientación interna del acero eléctrico laminado en caliente:  
 a) superficie y b) mitad del espesor.

## III.2. Cambios en el acero producidos por la deformación plástica

### III.2.1. Microestructura

La Figura 30 muestra el efecto de la deformación plástica sobre la microestructura del acero eléctrico utilizado en este estudio, las muestras sin deformación plástica 0% y con 5% de reducción en espesor, exhiben microestructuras similares consistentes de granos de ferrita finos con morfología equiaxial (comparar Figuras 30a y 30b).



*Figura 30. Efecto la deformación plástica sobre la microestructura de aceros eléctricos no orientados laminados en caliente: a) 0 % (inicial), b) 5%, c) 15% y d) 25% de reducción en espesor.*

En contraste, las muestras con 15% y 25% de reducción en espesor exhiben granos elongados en el sentido de la laminación, lo cual indica que el efecto de la deformación plástica es más significativo que en las muestras con 0 y 5% de deformación.



Durante la deformación plástica se crean defectos cristalinos, como las dislocaciones, que facilitan el deslizamiento de planos cristalinos [28, 32, 36]. Las interacciones entre dislocaciones en movimiento con otros defectos cristalinos causan cambios microestructurales muy importantes que representan la respuesta (“visible”) del material al ser sometido a fuerzas externas. Aunque aparentemente estos cambios en la microestructura son significativos a partir del 15% de reducción en espesor (Figura 30), es necesario determinar el grado de desorientación producido por la deformación plástica.

### III.2.2. Desorientación interna

Las Figuras 31 y 32, muestran el efecto de la deformación plástica sobre el grado de desorientación de los granos de ferrita obtenido en la superficie y a la mitad del espesor, respectivamente, en muestras con 5%, 15% y 25% de reducción en espesor.

En general, se observa que, para un porcentaje de reducción determinado, el grado de desorientación es mayor en la superficie del acero (comparar Figuras 31 y 32). A mayor grado de reducción en espesor, mayor es el grado de desorientación y la deformación a través del espesor es más uniforme (comparar Figuras 31 y 32).

Como se observó en la Figura 29, la mayoría de los granos en el material de llegada presentaron desorientaciones entre  $0.08-0.77^\circ$  en la superficie (Figura 29a) y  $0.03-1.02^\circ$  en el centro (Figura 29b). Las desorientaciones en muestras con 5% oscilan entre  $0.09-1.51^\circ$  en la superficie (Figura 31a) y  $0.06-1.02^\circ$  a la mitad del espesor (Figura 32a); mientras que en muestras con 15% se obtuvieron desorientaciones mayoritariamente entre  $0.91-1.83^\circ$  en la superficie (Figura 31b) y  $1.05-1.94^\circ$  a la mitad del espesor (Figura 32b). Así mismo, las muestras con 25% de reducción en espesor exhibieron mayoritariamente desorientaciones entre  $0.98-1.96^\circ$  en la superficie (Figura 31c) y  $1.16-2.33^\circ$  a la mitad del espesor (Figura 32c). En este caso, se alcanzaron las desorientaciones de hasta  $4.92^\circ$  y  $4.66^\circ$ , en la superficie y a la mitad del espesor, respectivamente.

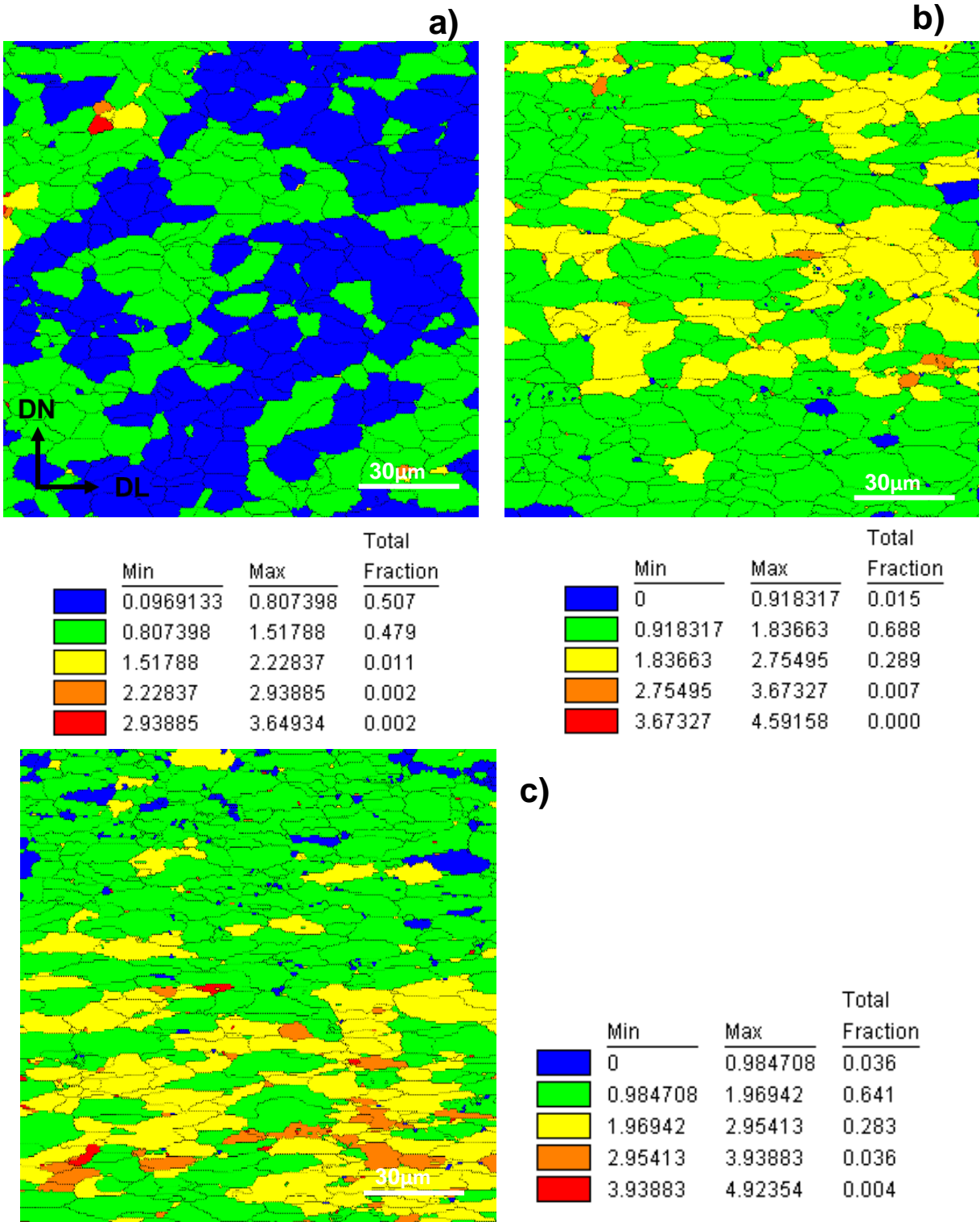


Figura 31. Mapas de desorientación obtenidos en la superficie de muestras con: a) 5%, b) 15% y c) 25% de reducción en espesor.

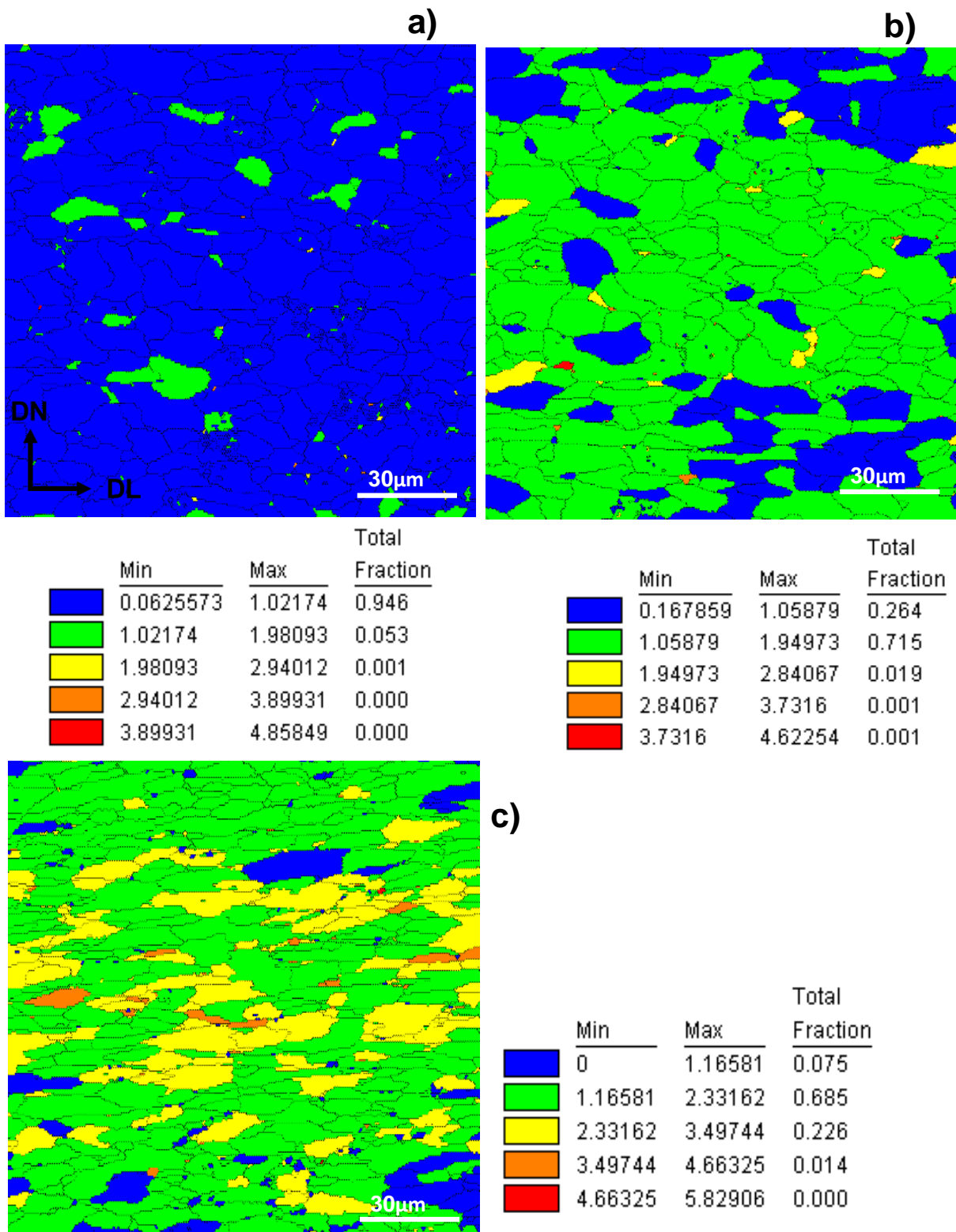


Figura 32. Mapas de desorientación obtenidos a la mitad del espesor: a) 5%, b) 15% y c) 25% de reducción en espesor.

El incremento en la cantidad de granos con desorientaciones más altas a la mitad del espesor, es un indicativo de que la deformación es más uniforme a través del espesor, este efecto se observa tanto en muestras de 15% como de 25% de reducción en espesor.

Kováč y col. [15], reportaron que el grado de desorientación está íntimamente relacionado con el grado de distorsión de la red cristalina y consecuentemente con la cantidad de energía almacenada, la cual juega un papel importante en los procesos de recristalización y crecimiento de grano que tienen lugar durante el tratamiento térmico [27, 36, 37].

Por lo tanto, a partir de los resultados obtenidos es de esperarse que la energía almacenada en muestras con 25% de reducción en espesor sea mucho mayor que en las otras.

La Figura 33 muestra las variaciones en el grado de desorientación en función del porcentaje de deformación. Las barras azules muestran el porcentaje de granos con las desorientaciones más bajas, mientras que las barras verdes, amarillas y naranjas indican el porcentaje de granos con desorientaciones superiores (ver Figura 29, 31 y 32).

Se observa que, con incrementos en la deformación plástica, la desorientación se incrementa causando una disminución en la intensidad de las barras azules y un aumento en la intensidad de las barras verdes, amarillas y naranjas (Figura 33).

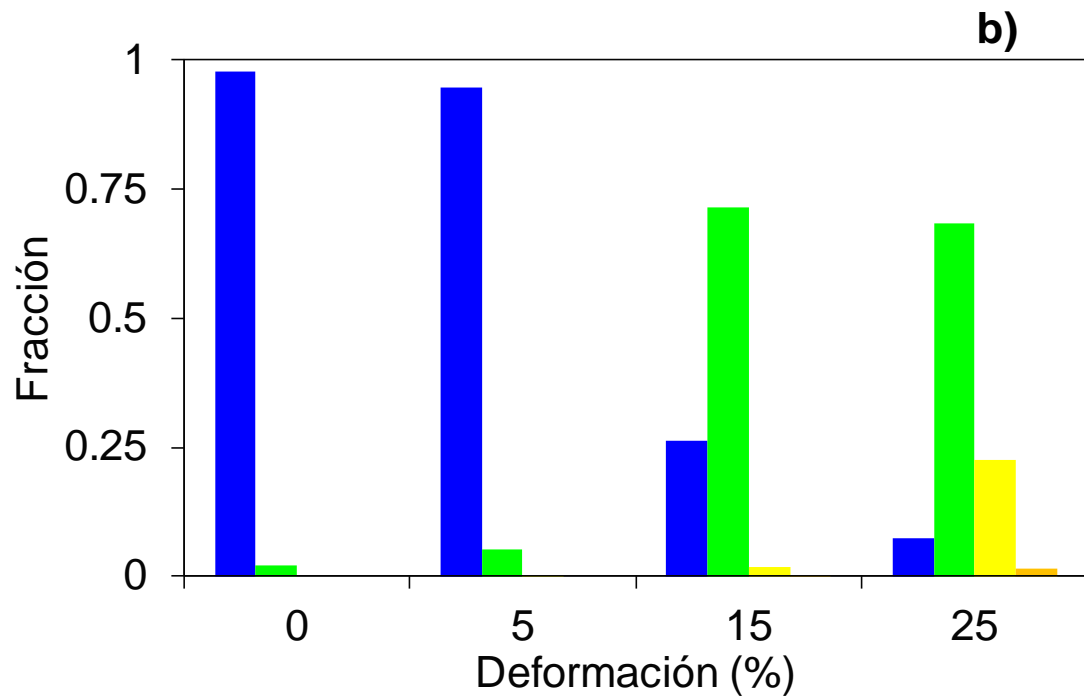
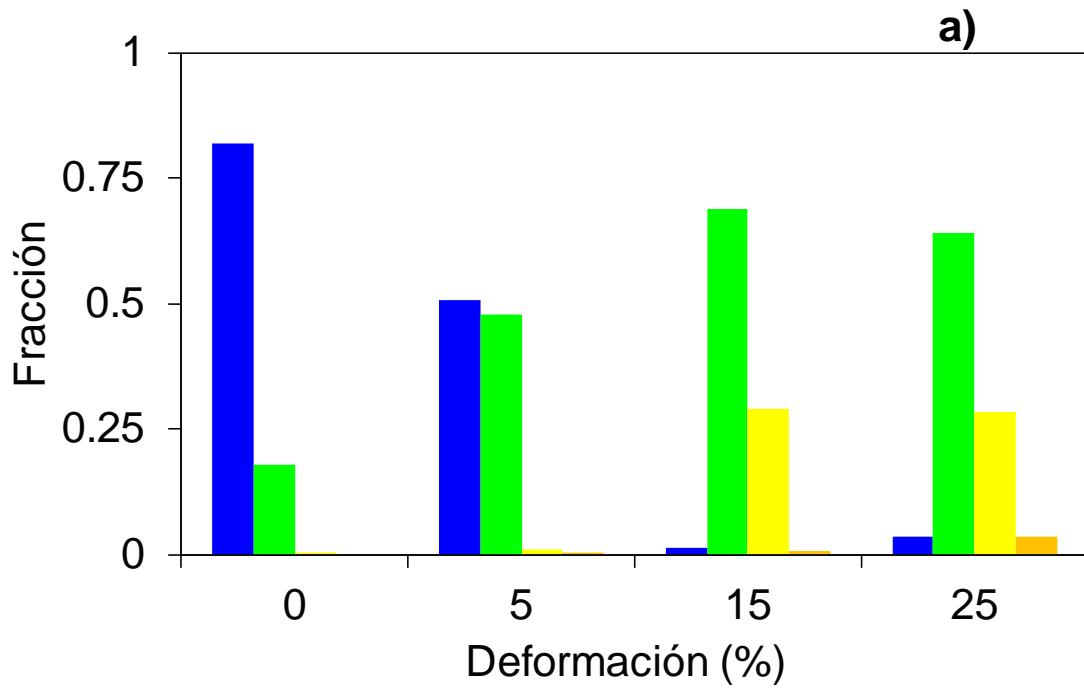


Figura 33. Variación de la desorientación promedio en función del grado de reducción en espesor: a) superficie y b) mitad de espesor.

### III.2.3. Transformaciones de fase

La Figura 34 muestra las temperaturas de transformación de fase  $Ac_1$  y  $Ac_3$  como una función del grado de deformación. En general, se observa una reducción en las temperaturas de transformación con el incremento de la deformación plástica. Las temperaturas críticas en el material de llegada (0%) fueron  $Ac_1=815\text{ °C}$  y  $Ac_3=1050\text{ °C}$ , respectivamente, sin embargo, incrementos en la deformación plástica hasta un 25% de reducción en espesor causan una disminución en las temperaturas de transformación,  $Ac_1=800\text{ °C}$  y  $Ac_3=1007\text{ °C}$ . Mientras que  $Ac_1$  disminuye  $15\text{ °C}$  al variar el porcentaje de reducción en frío de 0% a 25%,  $Ac_3$  disminuye  $43\text{ °C}$ .

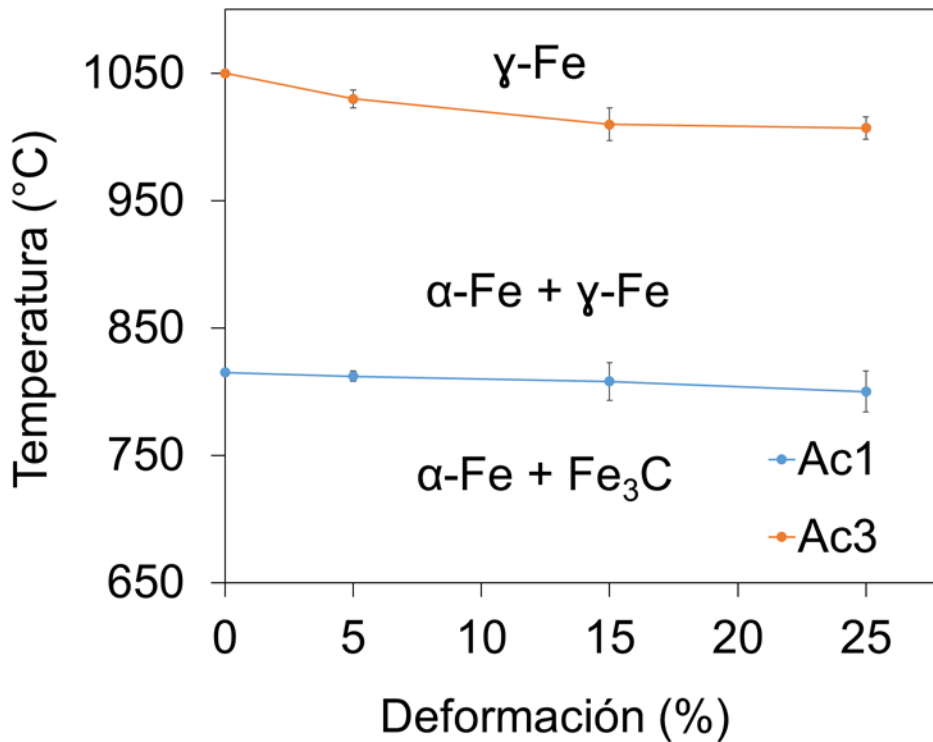


Figura 34. Efecto de la deformación plástica sobre las temperaturas críticas de transformación de fase en calentamiento continuo,  $Ac_1$  y  $Ac_3$ .

Al elevar la temperatura de un acero y superar la temperatura  $Ac_1$ , que depende principalmente de la composición química, se inicia la formación de la austenita [40]. Dicha formación ocurre mediante un proceso de nucleación y crecimiento [40-42]; la ferrita, de empaquetamiento bcc (cúbico centrado en el cuerpo), se transforma en

austenita fcc (cúbico centrado en las caras). Durante este proceso y aún posteriormente, se produce la disolución de los carburos [40, 41].

La nucleación de la austenita tiene lugar preferentemente en las interfaces entre los carburos y los granos de ferrita [41, 43], en especial donde se encuentran dos granos de ferrita, pues son estos los sitios donde se tiene mayor energía de superficie disponible [42]. Si la temperatura no es lo suficientemente alta como para que la ferrita se encuentre sobresaturada en C, el crecimiento de la austenita, siguiendo los bordes de grano ferríticos es inhibido y la austenita crece hasta envolver el carburo [40]. La austenita solo podrá seguir creciendo mediante la difusión del C desde el carburo hacia la interfase austenita/ferrita. En este proceso una pequeña parte del carburo se disuelve, o sea, la austenita crece en dos sentidos, hacia el carburo y hacia la ferrita, por lo que se tienen dos interfaces en avance.

El factor microestructural más importante a tener en consideración es el grado de dispersión de carburos, porque este parámetro es definitivo en la determinación de la cinética de difusión durante la transformación de fase  $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \gamma\text{-Fe}$  [41, 44]. Para el caso de la perlita laminar, el espaciado interlaminar es una medida de la separación de los carburos, y en agregados de ferrita y carburos, la cantidad, y el tamaño de los mismos, serían los factores microestructurales más importantes en la transformación [41, 42].

A bajos contenidos de C, como en el caso del acero experimental, se formará una capa de austenita alrededor de cada partícula de carburo, siendo el crecimiento de la austenita controlado por la difusión del carbono a través de dicha capa de austenita [40]. El crecimiento de austenita a partir de ferrita puede ocurrir en un menor tiempo cuando el acero es sometido a deformaciones previas al tratamiento, comparado con un acero en condición de recristalizado (libre de deformaciones) [40, 43]. La perlita también puede deformarse e incluso fracturarse [45, 46], acelerando la cinética de la disolución que tiene lugar durante la transformación a austenita, resultando en una disminución de las temperaturas de transformación  $Ac_1$  y  $Ac_3$  [40].

Por otra parte, al igual que en líquidos, la nucleación en sólidos es casi siempre heterogénea y ocurre en sitios de alta energía. En estado sólido, las vacancias, dislocaciones, bordes de grano e inclusiones representan regiones de alta energía [40, 45-47]. Como se demostró en las Figuras 29, 30, 31, 32 y 33, las muestras con mayor deformación plástica resultan en una mayor cantidad de defectos cristalinos y consecuentemente en una mayor desorientación, lo cual de acuerdo a lo anterior, puede favorecer la nucleación de la austenita causando una disminución de las temperaturas de transformación de fase como se observa en la Figura 34.

Aunque existe una disminución en las temperaturas críticas  $Ac_1$  y  $Ac_3$  conforme la deformación plástica aumenta, es claro que para la temperatura del tratamiento térmico empleada (850 °C) la relación de las fases  $\alpha$ -Fe y  $\gamma$ -Fe es muy similar. Esta observación es fundamentada en la pequeña variación de la temperatura  $Ac_1$ , y en las variaciones significativas de los resultados obtenidos.

### **III.3. Cambios en la microestructura producidos por el tratamiento térmico**

#### **III.3.1. Decarburación**

Durante el recocido del acero eléctrico laminado en caliente, sin (0%) y con deformación plástica (5%, 15% y 25%), se observó un cambio significativo en el contenido de C.

En la Figura 35 se observa el efecto del tiempo de recocido sobre el contenido de C de las muestras tratadas térmicamente, como se puede observar, el contenido de carbono es menor a mayor tiempo de tratamiento térmico para todas las deformaciones utilizadas, lo cual indica una clara evidencia de decarburación. Para todos los tiempos, este efecto es mayor para una reducción en espesor más alta (25%). Así mismo, se puede observar que en el caso de muestras con 15% y 25% de reducción en espesor el contenido de carbono se mantiene prácticamente constante para tiempos mayores a 150 min, y es muy similar al obtenido en muestras con 5% de reducción en espesor después de 180 minutos.



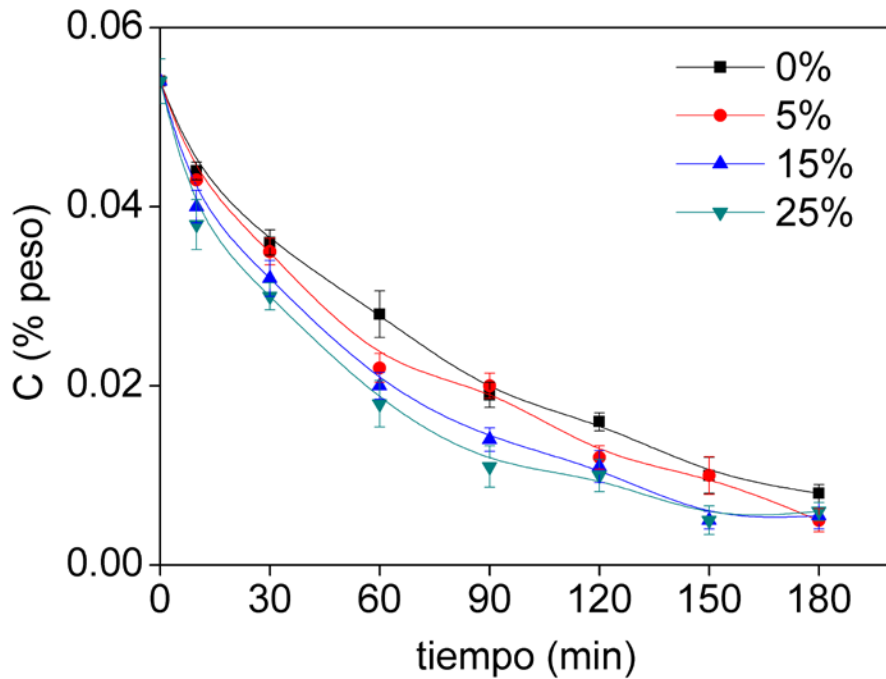


Figura 35. Efecto de la deformación plástica y del tiempo de recocido sobre el contenido de C.

Durante el tratamiento térmico en atmósferas no controladas (aire), tal como el realizado en el presente trabajo, el C presente en el acero también puede oxidarse causando la decarburación del material [48]. Algunos autores han estudiado la oxidación y decarburación simultánea durante el tratamiento térmico de aceros, encontrando que el C reacciona con el óxido mediante la siguiente reacción [49]:



donde [C] indica el carbono en solución en el acero. El CO puede reaccionar con el óxido y producir CO<sub>2</sub> [49]:



Estas reacciones pueden proceder solamente cuando el CO y CO<sub>2</sub> pueden escapar del óxido a través de microcanales o poros [49, 50].

Aunque en la mayoría de los aceros, la decarburación es un proceso indeseable ya que la reducción en el contenido de C resulta en una disminución de la resistencia mecánica [51], en el caso de aceros eléctricos la decarburación se realiza intencionalmente para mejorar el comportamiento magnético ya que el C (en solución o en forma de carburos) afecta el proceso de magnetización causando un incremento en las pérdidas de energía [33, 35, 52].

La decarburación es un proceso difusivo que depende del tiempo y la temperatura del tratamiento térmico. Gutiérrez y col. [48], estudiaron los efectos de la temperatura sobre la decarburación de aceros eléctricos no orientados. Ellos encontraron que con incrementos en la temperatura entre 700 y 850 °C, la decarburación del material es rápida, sin embargo, a temperaturas mayores o iguales a 875 °C, la decarburación era más lenta. Este comportamiento fue relacionado con el aumento en el espesor del óxido observado a una mayor temperatura, el cual representa una mayor distancia para la difusión tanto del C (del acero a la atmósfera) como del O<sub>2</sub> (de la atmósfera al acero).

El incremento del espesor de la capa de óxido fue más significativo a temperaturas mayores o iguales que 900 °C, lo cual fue atribuido a una mejor adherencia entre el sustrato (acero) y el óxido [48, 53]. A bajas temperaturas ( $T < 850$  °C), por lo general, se observó el desprendimiento de la capa de óxido (baja adherencia) o incluso la presencia de microporos o grietas que facilitaron la decarburación del material [48].

En el presente trabajo, los tratamientos térmicos se realizaron a temperatura constante (850 °C) por lo tanto, la disminución en el contenido de C para un mayor tiempo está relacionada con el mayor tiempo disponible para que ocurra la difusión. Así mismo, para un tiempo determinado, la menor cantidad de C observada para una mayor deformación plástica está relacionada con la menor distancia requerida para la difusión (menor espesor).

En el caso particular de muestras con 15 y 25% de reducción en espesor, se observa que el contenido de carbono prácticamente no cambia cuando el tiempo de recocido es mayor o igual que 150 min.

El aumento en el porcentaje de reducción en espesor promueve una disminución de la rugosidad en la superficie del acero [53], la cual permite una mayor adherencia del óxido afectando la velocidad de la decarburación, como se observa en muestras con 15 y 25% de reducción en espesor a tiempos mayores o iguales a 150 min.

La Figura 36 muestra el efecto del tiempo de recocido sobre la microestructura de muestras con 0% de reducción en espesor. El acero, en condición de llegada, exhibe tanto islas del microconstituyente perlita así como partículas de cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) en los límites de grano de la ferrita (Figura 36a). Con incrementos en el tiempo de recocido, el tamaño y la cantidad de estos microconstituyentes disminuye cuyo efecto es más significativo para un tiempo más prolongado (comparar Figuras 36a y 36f), lo cual es consistente con la reducción en el contenido de carbono según se observa con lo graficado en la Figura 35. Así mismo, se observa que conforme la remoción del carbono transcurre con el tiempo, el tamaño de grano se incrementa. La presencia de partículas de segunda fase, en los límites de grano, dificulta el crecimiento del mismo, conocido como el efecto Zener: anclaje de interfaces [26]. Por lo tanto, conforme la cantidad de carburos se reduce como resultado de la decarburación, la cantidad de obstáculos disminuye facilitando el crecimiento de grano (Figura 36).

A partir de los contenidos de C obtenidos en función del tiempo y del grado de reducción en espesor, se determinó la cinética de la decarburación considerando el modelo propuesto por Wagner para aleaciones Fe-C con cambio de fase con base en las ecuaciones (1), (2) y (3).

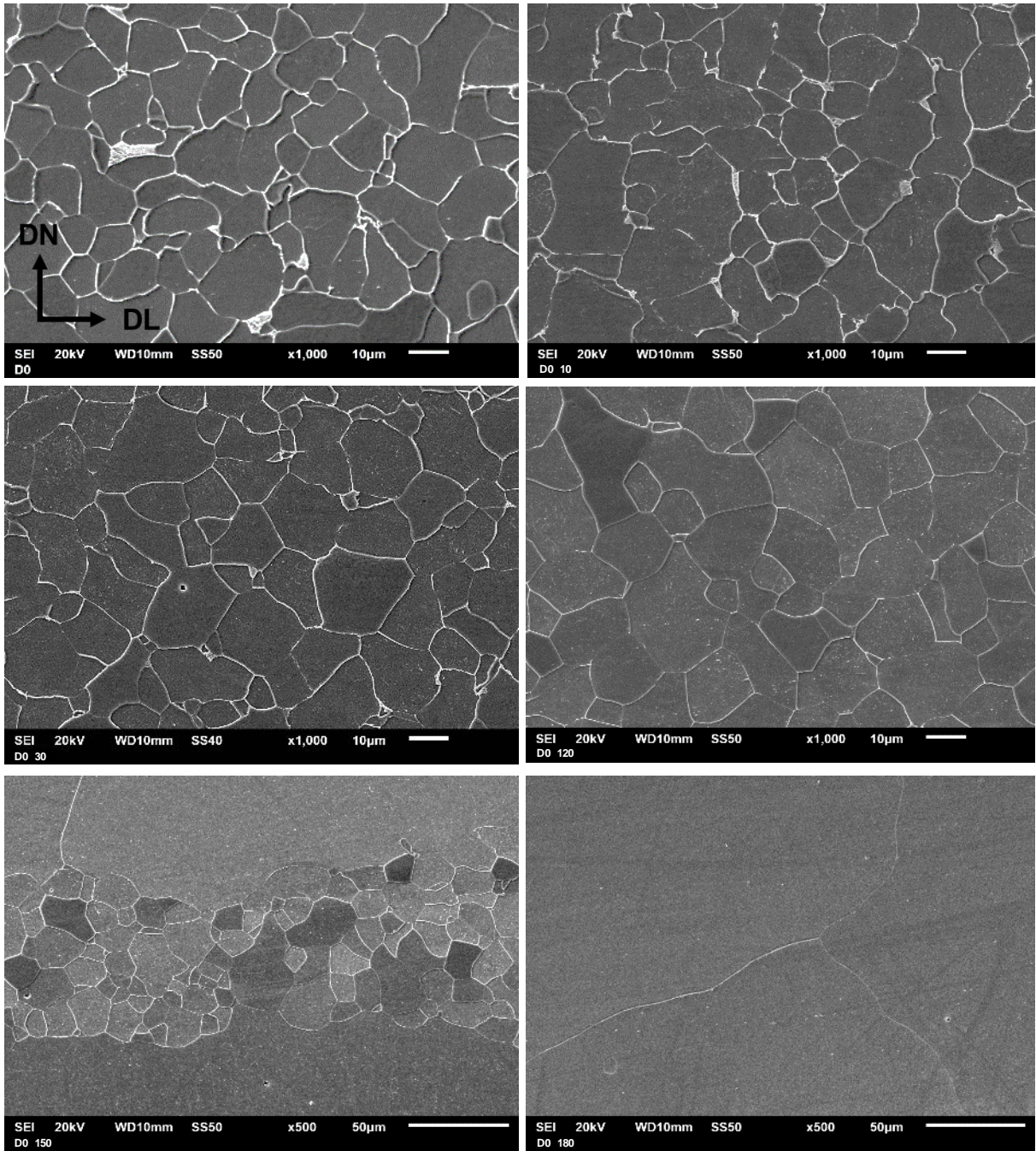


Figura 36. Efecto del tiempo de recocido sobre la microestructura de muestras con 0% de reducción en espesor: a) condición inicial, b) 10 min, c) 30 min, d) 120 min, e) 150 min y e) 180 min.

Los contenidos de C obtenidos experimentalmente ( $C_{exp}$ ) en función del tiempo y la temperatura fueron comparados con el contenido de carbono obtenido mediante el modelo cinético ( $C_{mod}$ ) descrito anteriormente considerando  $b=2$  debido a que con esta constante se obtuvieron los mejores resultados.

La Figura 37 muestra la comparación entre los resultados obtenidos experimentalmente y los calculados con dicho modelo. La línea recta trazada en la gráfica indica que  $C_{exp} = C_{mod}$ . Como se observa en esta Figura, en general los resultados experimentales muestran un buen ajuste con el modelo cinético. Sin embargo, para reducciones en espesor de 15 y 25%, los valores experimentales muestran una cinética de decarburación más lenta que la predicha por el modelo cinético utilizado especialmente para tiempos más largos.

Este resultado sugiere que, para estas deformaciones, la oxidación del acero es más rápida resultando en una disminución de la cinética de la decarburación. Larose y Rapp [53] investigaron el efecto de la rugosidad en un acero sobre la cinética de la oxidación. Se observó que, a menor rugosidad en el acero, mayor era la velocidad de oxidación y mayor la adherencia del óxido con el acero.

Los resultados obtenidos en este trabajo sugieren una disminución en la rugosidad de la superficie del acero para reducciones en espesor más altas (15 y 25%), lo cual favorece la oxidación del material y afecta de manera negativa la decarburación.

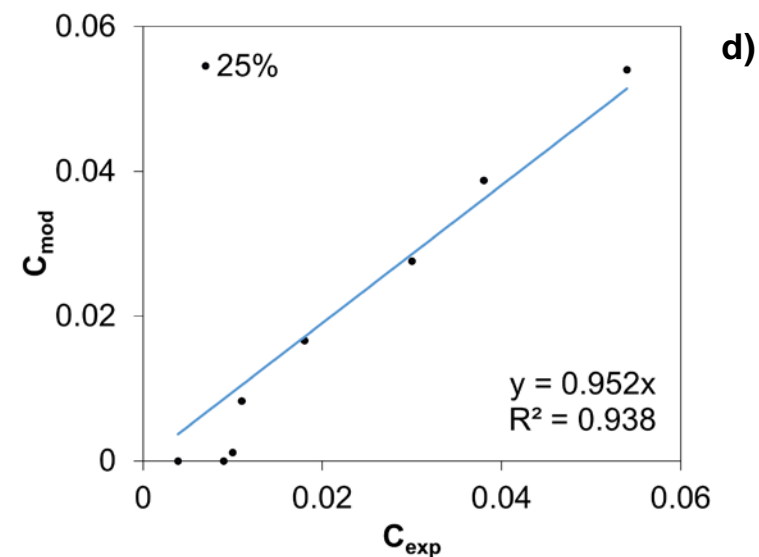
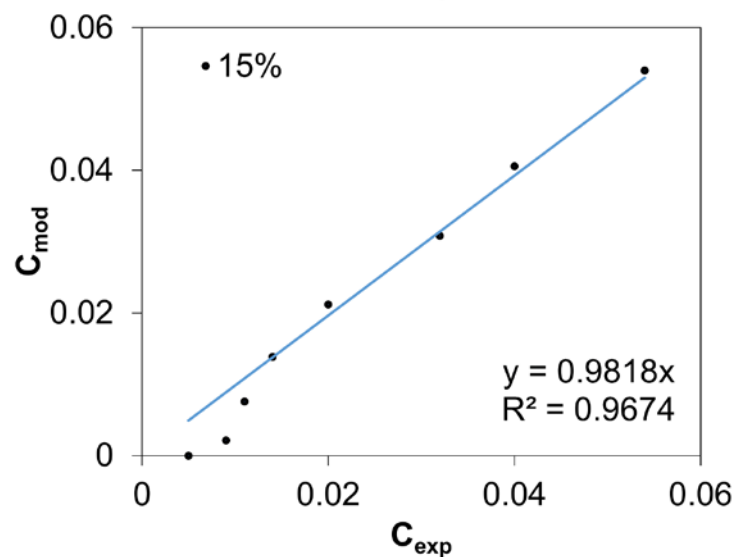
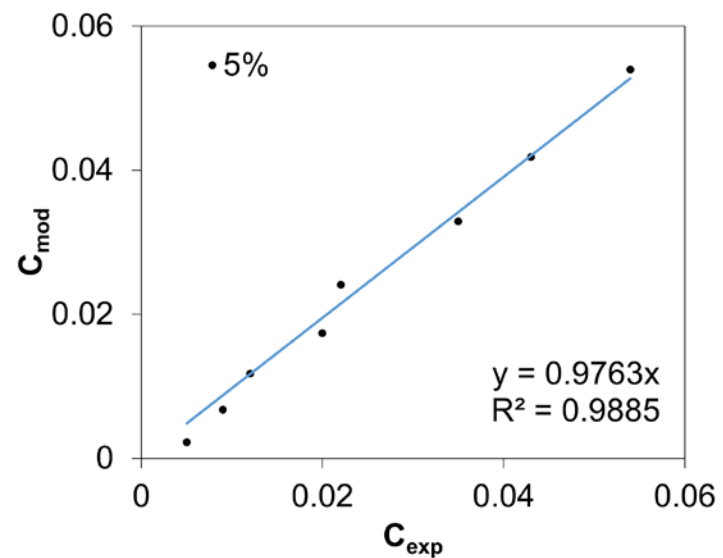
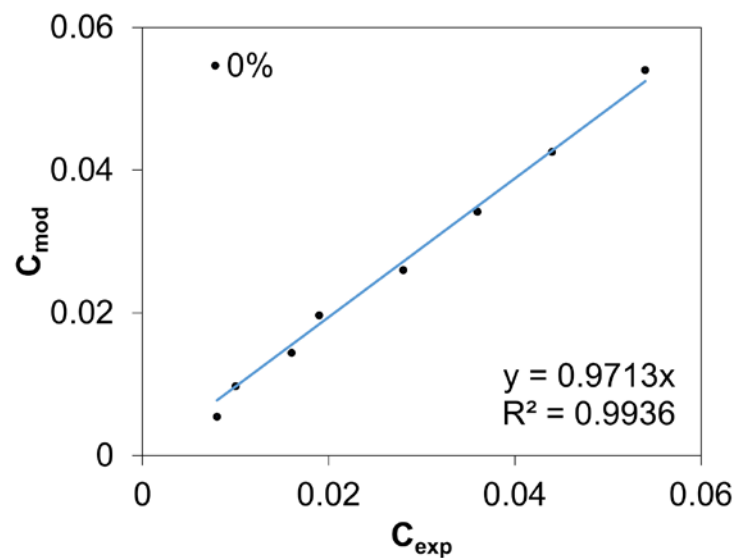


Figura 37. Validación del modelo cinético propuesto por Wagner [21]. Decarburación del acero eléctrico GNO recocido a temperaturas dentro del rango bifásico (850 °C): a) 0%, b) 5%, c) 15% y d) 25% de reducción en espesor.

### III.3.2. Microestructura

Durante el recocido del acero eléctrico laminado en caliente, sin (0%) y con deformación plástica (5%, 15% y 25%), se observó un cambio significativo en la microestructura. Las Figuras 38, 39, 40 y 41 muestran que el tiempo y el grado de deformación plástica tienen un efecto muy importante sobre el tipo de crecimiento de grano. Para deformaciones de 0%, 5% y 15% de reducción en espesor se observa un crecimiento anormal de grano caracterizado por un crecimiento discontinuo, en el que algunos granos crecen favorablemente a una velocidad más rápida [27, 36]. El efecto es más significativo para un tiempo más prolongado.

Así mismo, es claro que la morfología resultante depende fuertemente del grado de deformación plástica. En muestras con 0% y 5% de reducción en espesor, la morfología resultante es de tipo columnar (Figura 38 y 39), mientras que en muestras con 15% la morfología es de tipo equiaxial (Figura 40).

El crecimiento anormal de grano es conocido comúnmente como recristalización secundaria y se le denomina de esta manera por la similitud en el mecanismo de nucleación y crecimiento que ocurren durante la recristalización primaria [26, 27, 36]. A diferencia de la recristalización primaria que ocurre en un material deformado, la recristalización secundaria tiene lugar en una estructura recristalizada [26]. La fuerza motriz para este proceso es la reducción de la energía en límites de grano [26, 36].

Las muestras con 0% de reducción en espesor sometidas a tratamiento térmico exhiben la formación de una capa delgada de granos de ferrita en la superficie del acero. Con incrementos en el tiempo del tratamiento térmico, el espesor de esta capa aumenta resultando en una morfología de tipo "columnar".

El crecimiento ocurre bajo condiciones isotérmicas y en una dirección paralela a la dirección de la decarburación. En muestras con 5% de reducción en espesor se observa un comportamiento similar, aunque en este caso, la longitud de la capa de granos de ferrita es menor para un tiempo dado y los granos son menos anchos.

De acuerdo con los resultados de las Figura 31 y 32, la desorientación en muestras con 5% de reducción en espesor es ligeramente mayor que en muestras con 0% (Figura 29). La presencia de una mayor cantidad de defectos representa una mayor cantidad de sitios para la nucleación de nuevos granos durante el tratamiento térmico [28, 36], lo cual explica la mayor cantidad de límites en muestras con 5% de deformación plástica.

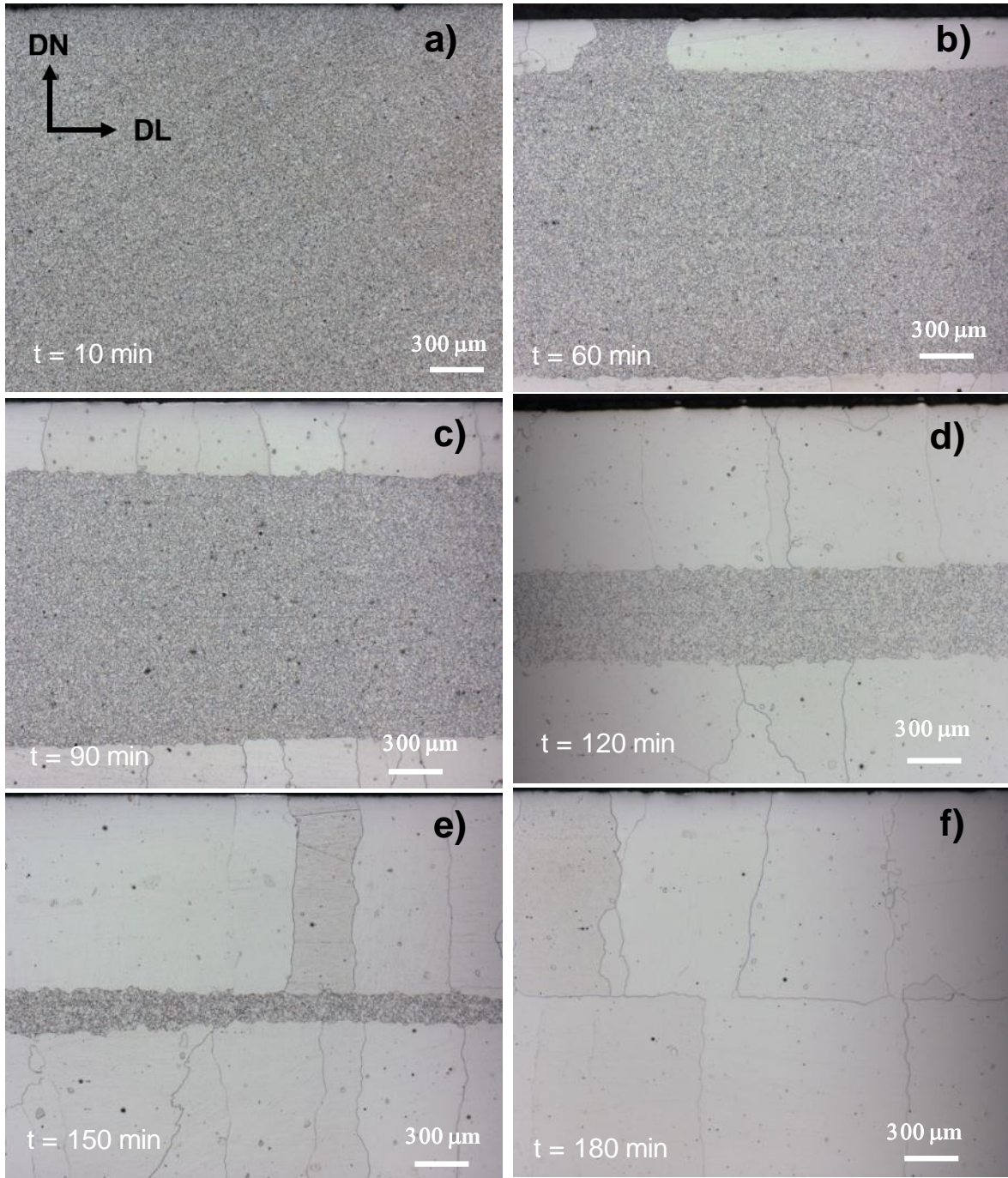
Se ha reportado que el crecimiento de grano columnar está relacionado con una velocidad de decarburación rápida [12, 13], la cual promueve un gradiente de concentraciones de C a través del espesor del acero. El contenido de C en granos de  $\gamma$ -austenita disminuye durante la decarburación causando su transformación a granos de ferrita ( $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$ ). Estos últimos, crecen a una mayor velocidad como resultado de la remoción de carburos y de la ventaja en tamaño [26, 28, 36].

El crecimiento ocurre en una dirección paralela a la dirección de la decarburación resultando en morfologías de tipo columnar [12]. Este crecimiento cesa en dicha dirección una vez que el gradiente composicional se termina. Los granos comenzarán a crecer entonces en una dirección perpendicular a la dirección de la decarburación, debido a la reducción en la energía del sistema mediante la minimización de la energía almacenada en límites de grano [14, 15, 54, 55]. Debido a que la solubilidad de C en ferrita es menor que en austenita, el C difunde hacia la superficie a través de los límites de grano de ferrita [56].

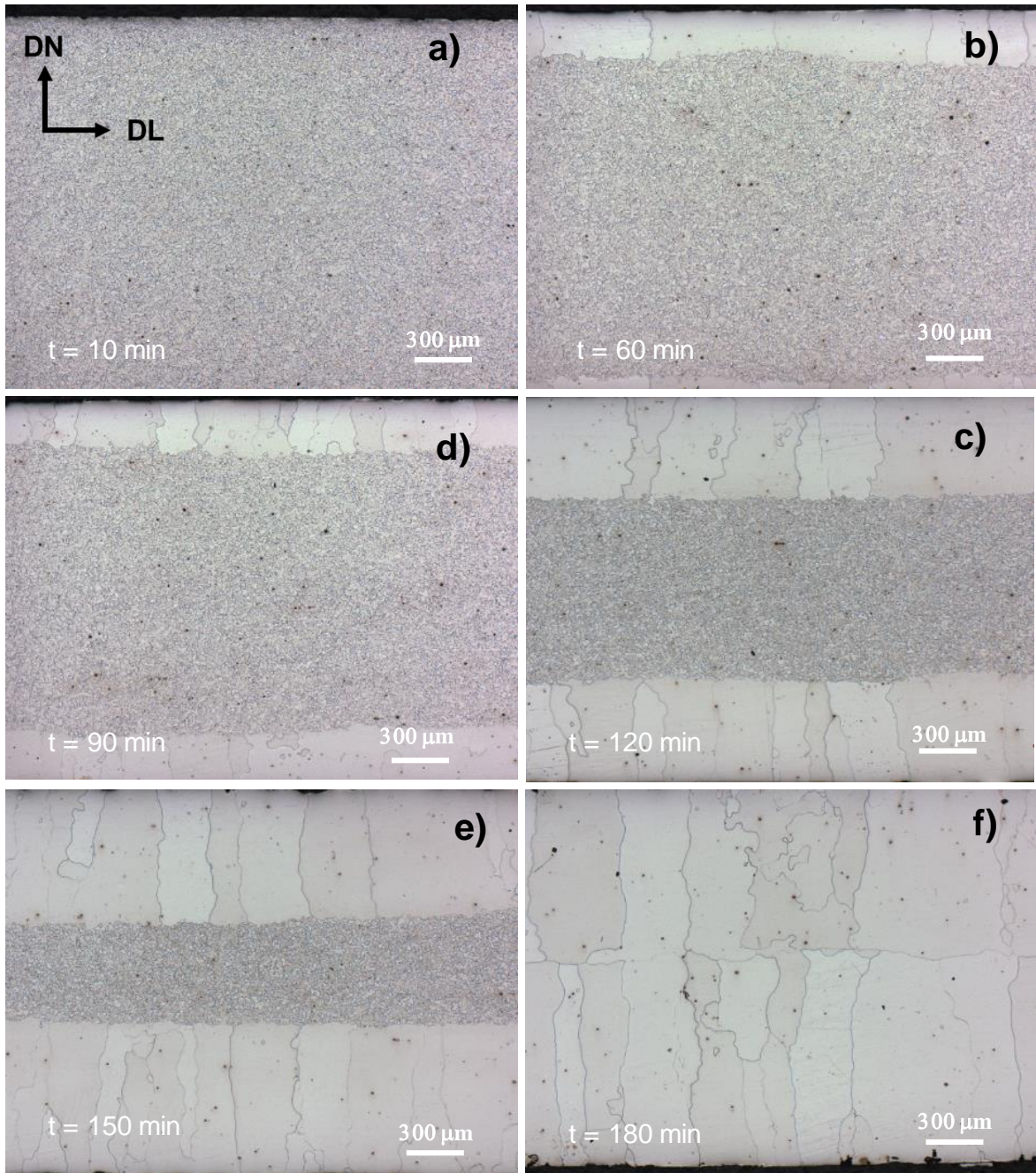
De acuerdo con los resultados presentados en la Figura 35, para un tiempo determinado, las muestras con 5% exhiben un menor contenido de C que las muestras con 0%, lo cual está relacionado con el menor espesor del acero, que se traduce en una distancia más corta para la difusión del C hacia la superficie. Sin embargo, para un tiempo dado, la longitud de la capa de granos de ferrita producidos por la transformación es más corta (comparar las Figuras 38 y 39).



Este resultado, podría estar relacionado con el desarrollo de una textura cristalográfica intensa en la muestra con 5% de deformación. La fuerza motriz para el crecimiento de grano en un material texturizado tiende a ser muy baja debido a que, inevitablemente se presentan límites de grano de ángulo bajo [37]. Aunque este parámetro microestructural no se midió en el presente trabajo, abre una nueva línea de investigación para establecer los efectos del recocido y de la deformación plástica sobre la textura desarrollada, la cual pudiera no solo tener un efecto sobre la cinética del crecimiento de grano sino también sobre el comportamiento magnético del producto final.



*Figura 38. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos no orientados laminados en caliente, con 0% de deformación plástica, recocidos a 850 °C: a) 10 min, b) 60 min, c) 90 min, d) 120 min, e) 150 min y f) 180 min.*



*Figura 39. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos no orientados laminados en caliente, con 5% de deformación plástica, recocidos a 850 °C: a) 10 min, b) 60 min, c) 90 min, d) 120 min, e) 150 min y f) 180 min.*

Las muestras con 15% de reducción en espesor también exhiben un crecimiento anormal de grano, aunque en este caso, la morfología resultante es de tipo equiaxial (Figura 40). De acuerdo con los resultados presentados en las Figura 31 y 32, la deformación en estas muestras es más uniforme a lo largo del espesor del acero comparado con muestras con deformaciones plásticas más pequeñas.

En el caso del crecimiento columnar, se observó que los granos equiaxiales presentes a la mitad del espesor no crecen (ver Figura 38 y 39) independientemente del tiempo de recocido, lo cual se relaciona con el hecho de que la desorientación, en términos de energía almacenada es muy baja [14, 15].

En muestras con 15% de reducción en espesor el crecimiento es aleatorio a lo largo del espesor lo cual confirma que la deformación es más uniforme aún y cuándo las desorientaciones siguen siendo relativamente bajas (ver Figuras 31, 32 y 40).

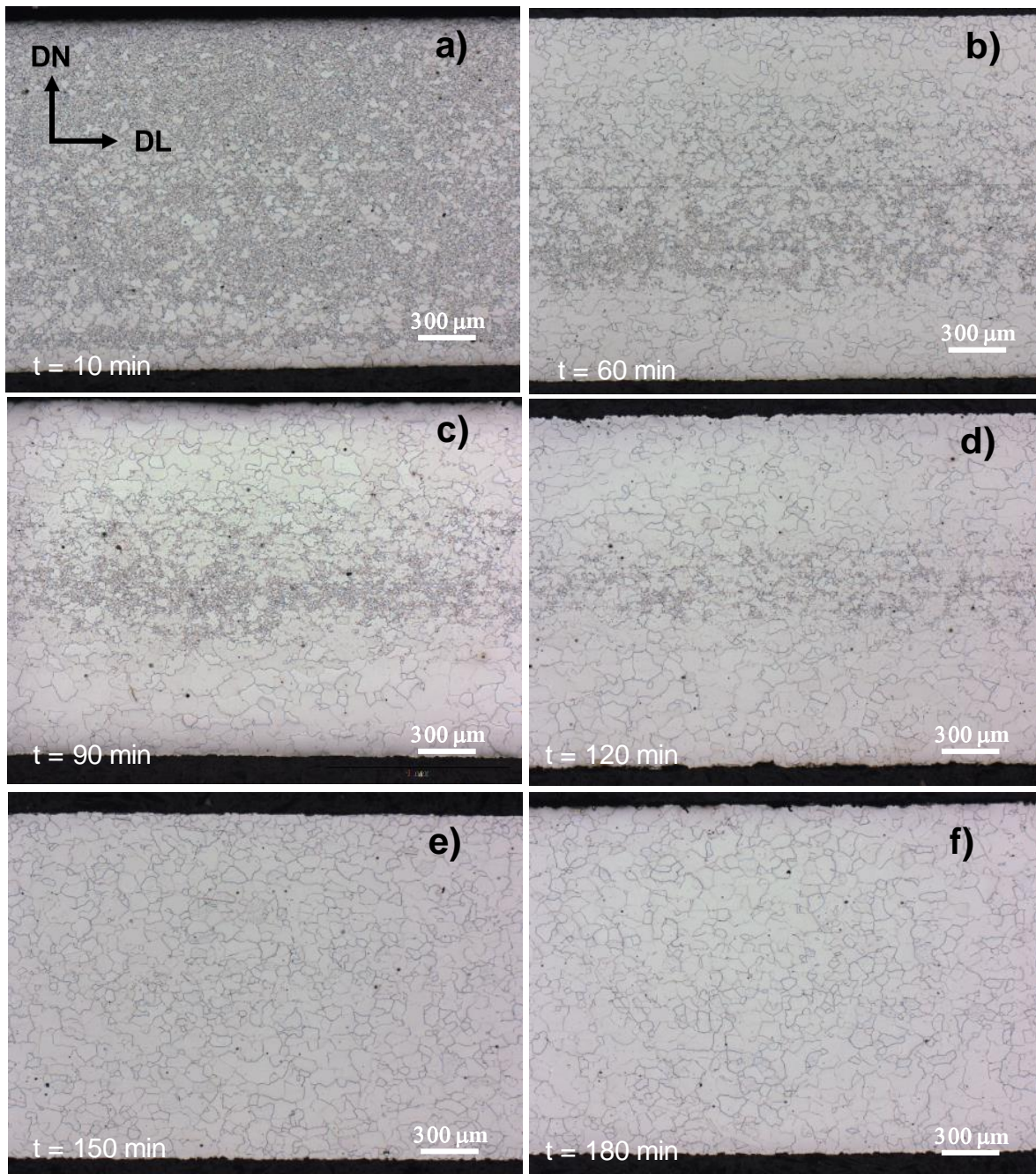
El crecimiento anormal de grano, asociado con una deformación plástica pequeña ha sido explicado mediante el mecanismo de migración de límites de grano inducido por deformación (SIBM, por sus siglas en inglés) [15]. Este es uno de los mecanismos reconocidos para explicar el proceso de nucleación, y consiste en una migración de una parte del borde de grano de alto ángulo de desorientación. En esta migración se genera coalescencia de subgranos y la orientación de los nuevos granos es similar a la orientación de los granos de donde proceden, sobre todo en bajos valores de deformación [57].

Finalmente, en el caso de muestras con 25% de reducción en espesor se observa un crecimiento normal de grano caracterizado por un crecimiento continuo (Figura 41). En este caso, los granos que constituyen la microestructura crecen a una velocidad similar dando como resultado en un tamaño de grano muy uniforme [26, 57]. Así mismo, se observa que, para un tiempo de 180 minutos, el tamaño de grano resultante es más pequeño comparado con el observado en los casos anteriores (comparar las Figuras 38, 39 y Figuras 40, 41).

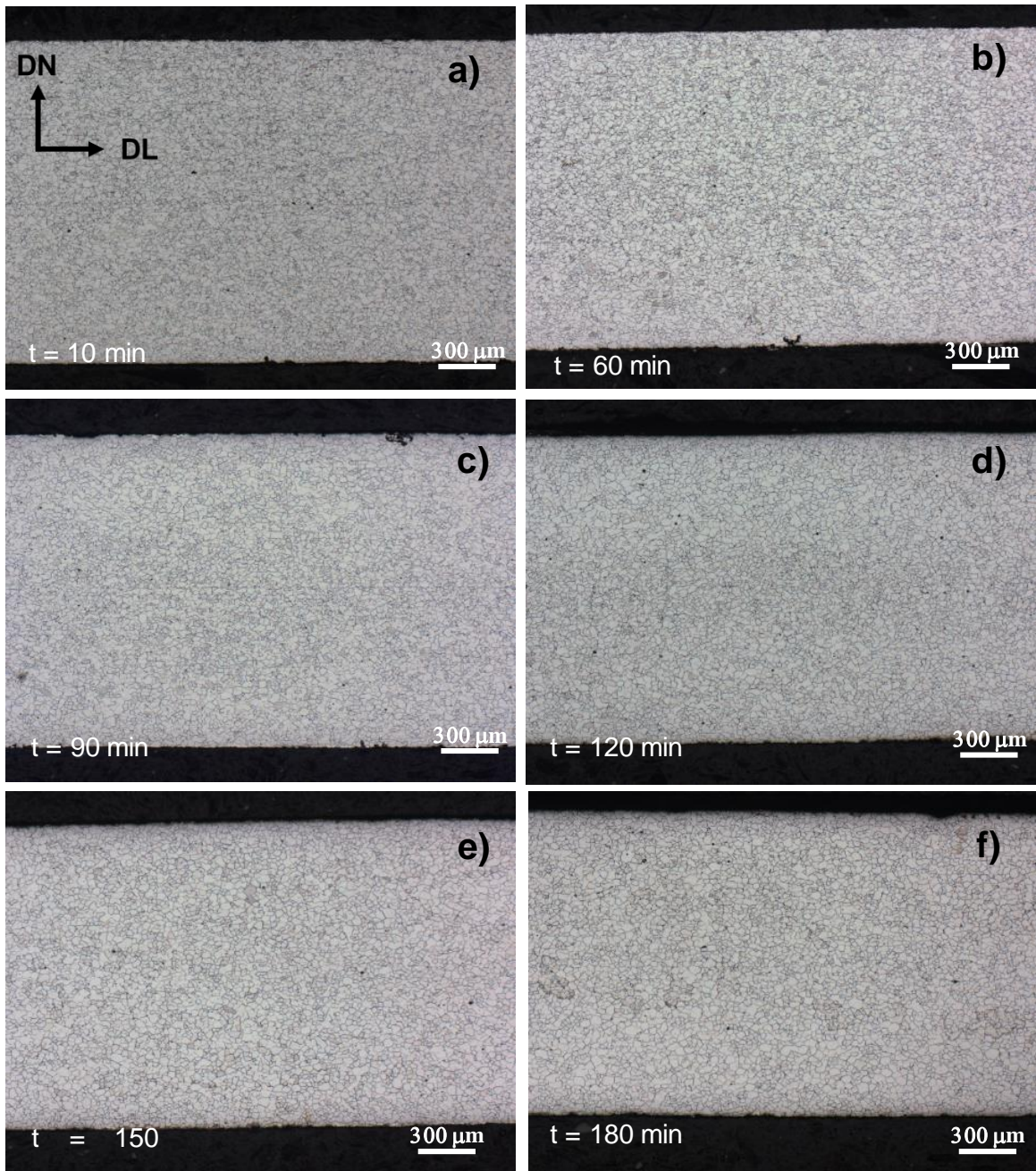
Como se observa en las Figuras 30, 31 y 32, las muestras en condición deformada (con 25% de reducción en espesor) exhiben una microestructura con la presencia de granos elongados de ferrita en la dirección de la laminación, en cambio después del tratamiento térmico exhiben una morfología equiaxial (Figura 41). Este resultado sugiere que el incremento en el grado de desorientación en muestras con 25% de reducción, provee la energía requerida en el acero para que ocurra la recristalización primaria [36, 37].

La recristalización es un proceso que ocurre por nucleación y crecimiento [36]. Los sitios preferenciales de nucleación de los nuevos granos son las regiones de mayor deformación, como: bordes de grano, planos de deslizamiento, y en zonas de alta energía como segundas fases o inclusiones no metálicas [26, 27, 57]. Si el núcleo se forma rápidamente y crece con lentitud, se formarán muchos cristales resultando en un tamaño final de grano pequeño [27, 36]. En cambio, si la velocidad de nucleación es pequeña comparada con la velocidad de crecimiento, el tamaño de grano será grande.

Como se observa en la Figura 41 la microestructura de las muestras con 25% de reducción en espesor, exhibe la presencia de granos de ferrita recristalizada de tamaño muy pequeño independientemente del tiempo de tratamiento térmico, lo cual indica que la velocidad de nucleación fue muy rápida. Esto es atribuido a la mayor desorientación en el material deformado (Figuras 31 y 32).



*Figura 40. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos no orientados laminados en caliente, con 15% de deformación plástica, recocidos a 850 °C: a) 10 min, b) 60 min, c) 90 min, d) 120 min, e) 150 min y f) 180 min.*



*Figura 41. Efecto del tiempo sobre la microestructura de aceros eléctricos no orientados laminados en caliente, con 25% de deformación plástica, recocidos a 850 °C: a) 10 min, b) 60 min, c) 90 min, d) 120 min, e) 150 min y f) 180 min.*

La Figura 42, muestra el efecto del tiempo de recocido sobre la longitud del grano columnar observado en muestras con 0% y 5% de reducción en espesor. Así mismo, incluyen los cambios en el contenido de C durante el recocido.

Como se puede observar, conforme el contenido de C disminuye la longitud de los granos columnares se incrementa. Para un tiempo de 90 minutos, el efecto es más significativo en muestras con 0% de reducción en espesor. Como se mencionó anteriormente, este comportamiento podría estar relacionado con el desarrollo de una textura cristalográfica preferencial más intensa en la muestra con 5% de deformación. La fuerza motriz para el crecimiento de grano en un material texturizado tiende a ser más baja debido a que la presencia de límites de grano de ángulo bajo [37].

Como se muestra en la Figura 43, la fracción de granos anormales en muestras con 15% de reducción en espesor se incrementa con el aumento en el tiempo de recocido, alcanzando el 100% del crecimiento a un tiempo de 150 min. Para este tiempo, ya no se observa la presencia de perlita en la muestra (Figura 40), lo cual indica que el crecimiento anormal de grano no solo depende las diferencias de energía almacenada, sino que también es influenciado por la distribución de carburos.

Finalmente, la Figura 44 muestra las variaciones en el tamaño de grano recristalizado en muestras con 25% de reducción en espesor en función del tiempo de recocido. Así mismo, se presentan las variaciones en el contenido de carbono durante el tratamiento térmico. Como se puede apreciar, el tamaño de grano prácticamente no cambia aún y cuando la decarburación fue la más intensa (Figura 35). Estos resultados sugieren que el cambio en la morfología de los granos que constituyen la microestructura del acero y la ocurrencia del tipo de crecimiento, es determinado en gran medida por el grado de desorientación interna producido durante la deformación plástica.



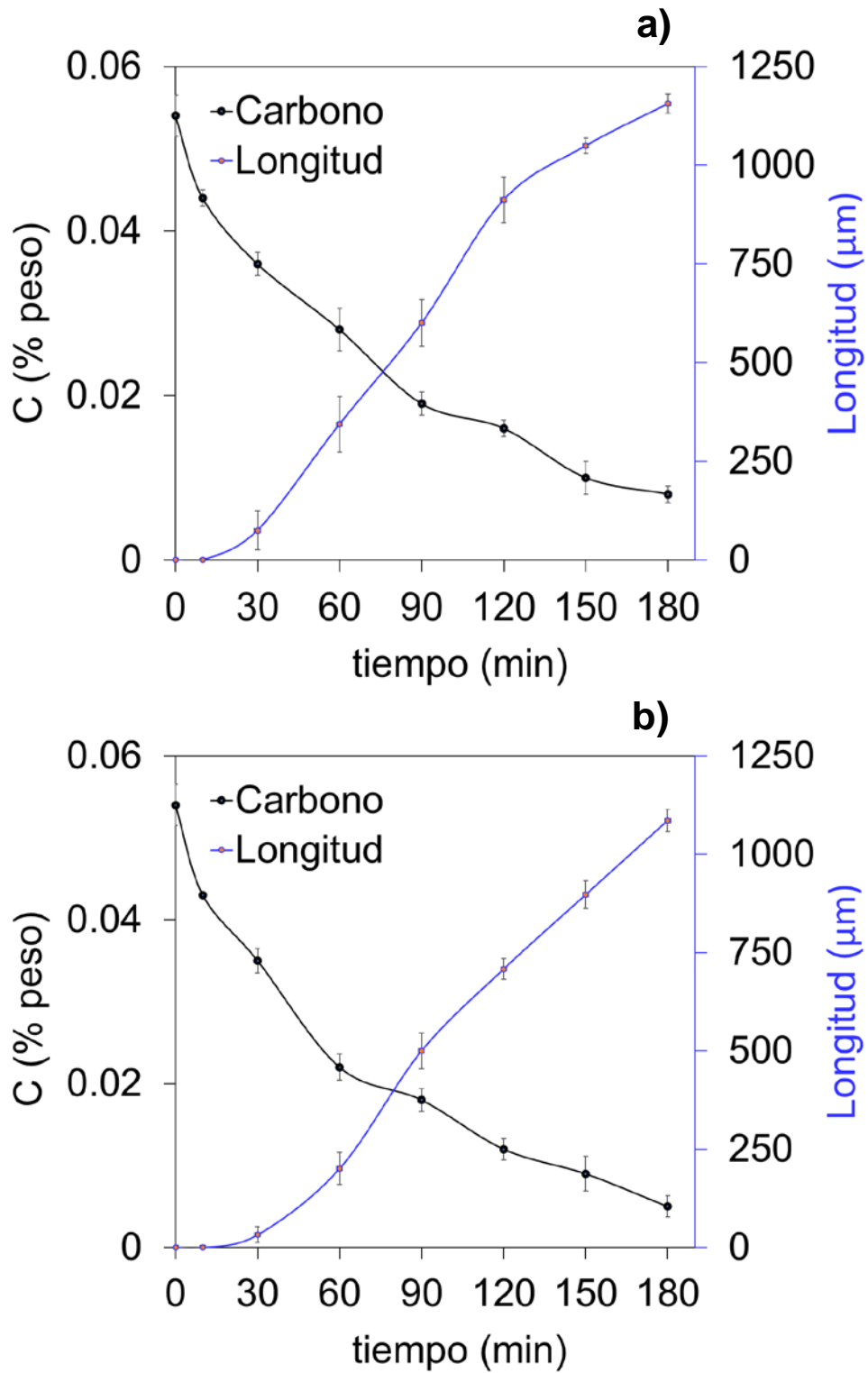


Figura 42. Efecto del tiempo de recocido sobre la longitud de los granos columnares y el contenido de carbono en muestras con: a) 0% y b) 5% de reducción en espesor.

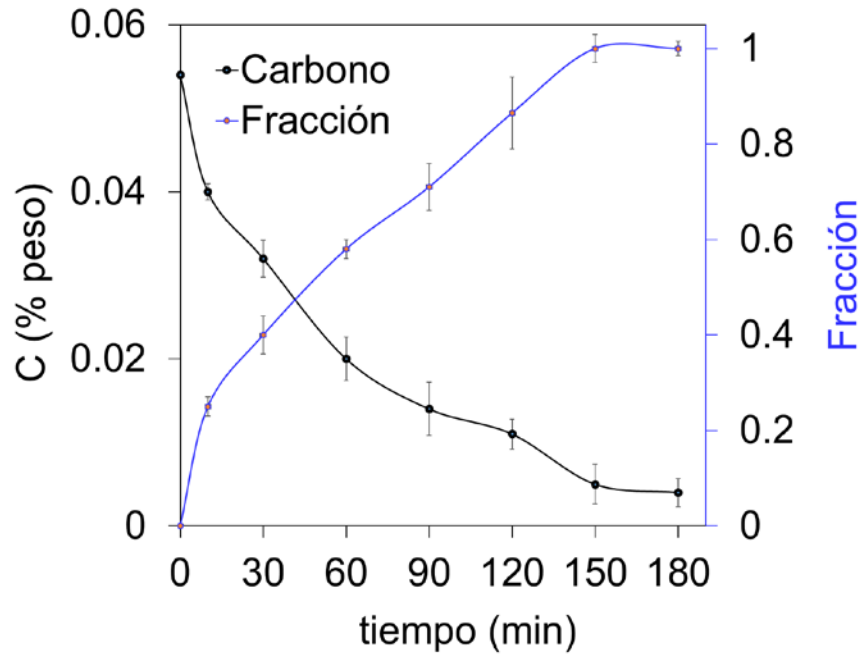


Figura 43. Efecto del tiempo de recocido sobre la fracción de granos con crecimiento anormal equiaxial y el contenido de carbono en muestras con 15% de deformación.

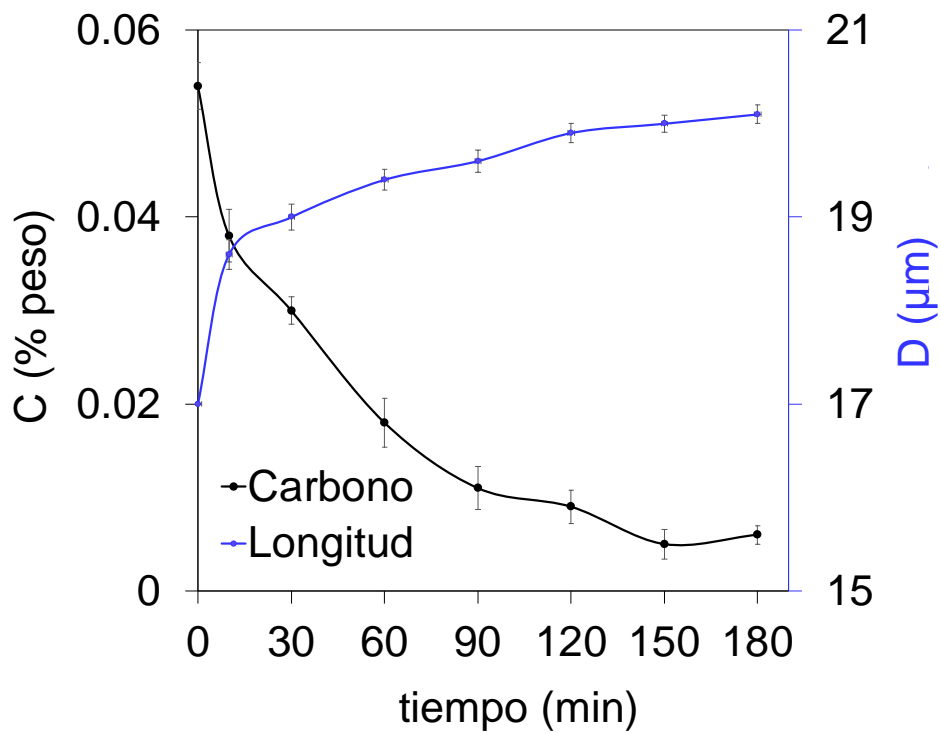


Figura 44. Efecto del tiempo de recocido sobre el tamaño de grano y el contenido de carbono en muestras con 25% de reducción en espesor.

### III.3.2.1. Cinética de crecimiento anormal de grano

Cuando el crecimiento de grano ocurre de manera discontinua (algunos granos crecen más rápido que otros), entonces, la cinética del crecimiento puede ser descrita mediante la ecuación de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (4).

La Figura 45 presenta el efecto del tiempo de recocido sobre la fracción de granos con crecimiento anormal. Como se puede observar, la fracción de los granos anormales se incrementa con incrementos en el tiempo de recocido. El crecimiento (columnar) ocurre más rápido en muestras sin deformación plástica (0%) que en muestras con reducciones en espesor de 5%. Adicionalmente, se observa que, para un tiempo dado, la fracción de granos anormales equiaxiales (15%) es mayor que la fracción de granos con morfología columnar (0% y 5%).

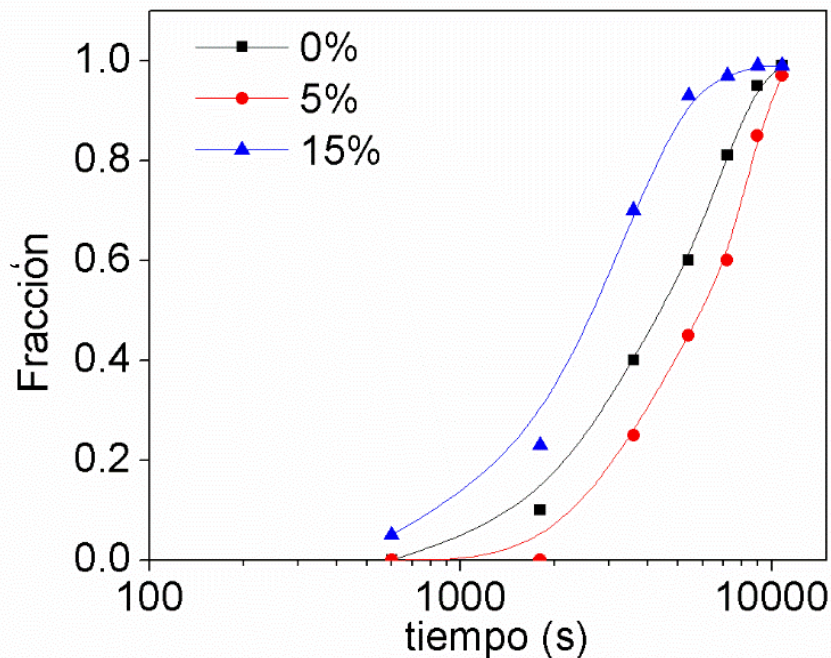


Figura 45. Fracción de granos con crecimiento anormal en función del tiempo de tratamiento térmico.

Los valores experimentales de la cinética son usualmente comparados con la ecuación de JMAK graficando  $\ln [\ln \{1/(1-X)\}]$  vs  $\ln t$ . A partir de esta gráfica, se obtiene una línea donde la pendiente corresponde al exponente  $k$  (constante

cinética) [26]. La Figura 46 presenta las gráficas  $\ln \{1/(1-X)\}$  vs  $\ln t$  obtenidas en muestras con 0%, 5% y 15% de reducción en espesor. Como se puede observar, los datos experimentales exhiben una tendencia lineal con una constante cinética de  $k_{0\%}=1.60$ ,  $k_{5\%}=1.47$ ,  $k_{15\%}=1.65$ , en muestras con 0%, 5% y 15% de reducción en espesor, respectivamente. Es decir, la cinética de crecimiento de grano anormal es más rápida en muestras con 15% (crecimiento equiaxial) y más ralentizada en muestras con 0 y 5% de reducción en espesor (crecimiento columnar). Con los resultados mostrados previamente en la Figura 35 (referente a la decarburación) el contenido de C, para un tiempo determinado en muestras con 15%, es menor que en muestras con 0% y 5% de reducción en espesor. Por lo tanto, de acuerdo con el efecto de Zener [26], la menor cantidad de carburos facilita la movilidad de límites de grano, acelerando la cinética del crecimiento.

Es importante notar que en el caso de muestras con 0% y 15% de reducción en espesor, se observa un buen ajuste con la ecuación JMAK (Ecuación (4)), considerando que los coeficientes de determinación son  $R^2=0.95$  y  $R^2=0.98$  (Figura 46). Sin embargo, en el caso de muestras con 5% de reducción en espesor se observa que (en la parte inferior de la curva), aunque el coeficiente de determinación es  $R^2=0.91$ , los valores experimentales no muestran un buen ajuste y en general se observa una cinética de crecimiento más lenta.

Como se mencionó anteriormente, durante la discusión de los efectos del tiempo sobre la microestructura de muestras con 0% y 5% de reducción en espesor (Figuras 38 y 39), existe una posibilidad muy alta de que se haya desarrollado una textura cristalográfica preferencial en muestras con 5% de deformación. Haldar y col. [37] reportaron que la fuerza motriz para el crecimiento de grano en un material texturizado tiende a ser muy baja debido a la presencia de límites de grano de ángulo bajo. Aunque la textura cristalográfica no se midió en el presente trabajo, sería conveniente realizar un estudio adicional para demostrar dicha hipótesis.

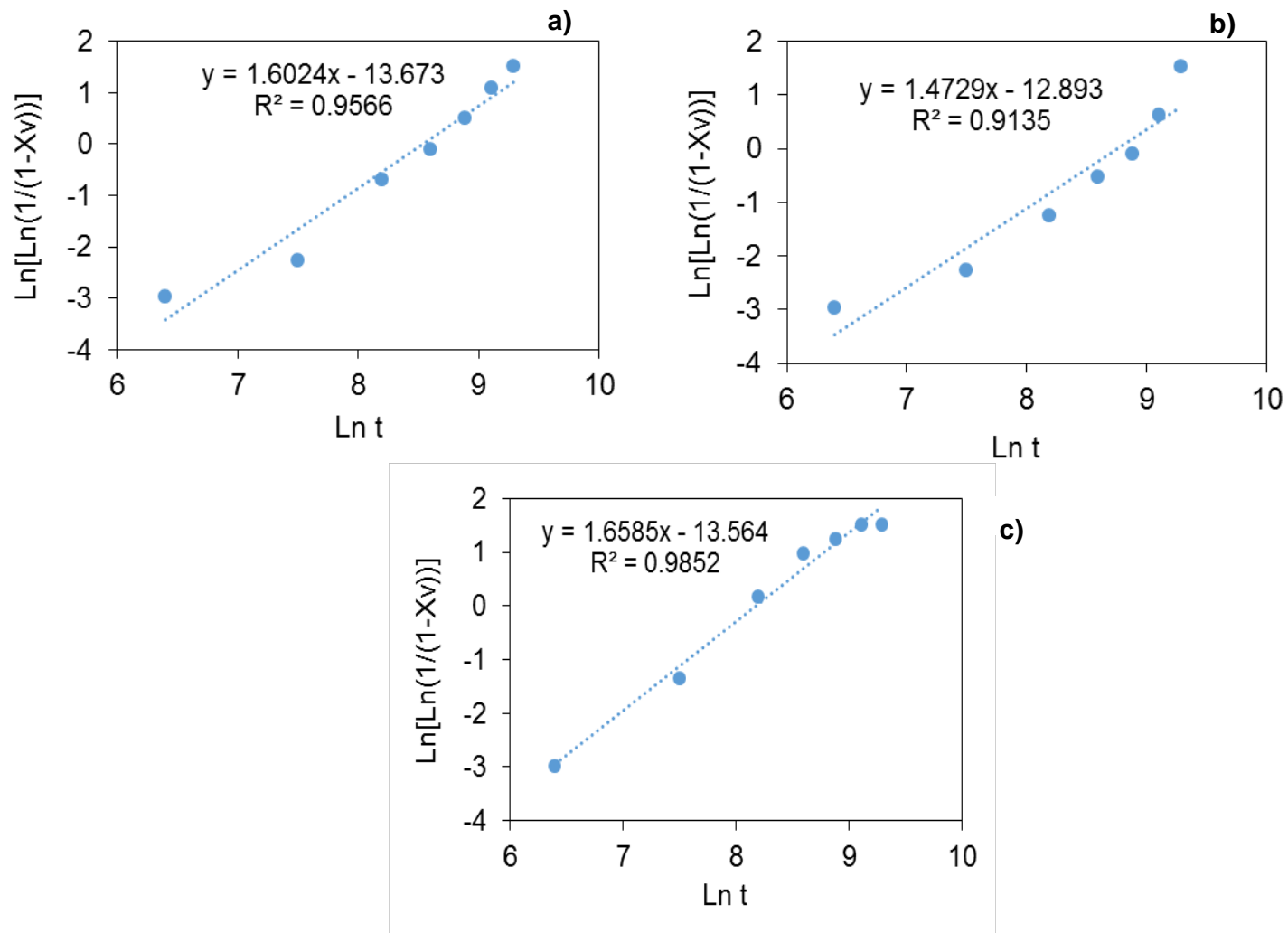


Figura 46. Gráfica  $\text{Ln} [\text{Ln} \{1/(1-X)\}]$  vs  $\text{Ln } t$  en muestras con a) 0%, b) 5% y c) 15% de reducción en espesor, en las cuales se observó crecimiento anormal de grano.

### III.3.2.2. Cinética de crecimiento normal de grano

A temperatura constante, la ley de crecimiento de grano dada por la ecuación (5) puede utilizarse para determinar el exponente  $n$ :

$$n = \frac{d[\ln(D-D_0)]}{d \ln t} \quad (8)$$

La Figura 47 muestra la gráfica de  $\ln(D - D_0)$  vs  $\ln t$  obtenida a partir de los resultados experimentales mostrados en la Figura 44.  $D_0$  representa el tamaño de grano del acero eléctrico laminado en caliente ( $17 \mu\text{m}$ ). A partir de esta gráfica, se puede observar que el exponente de crecimiento de grano, es aproximadamente de 0.22.

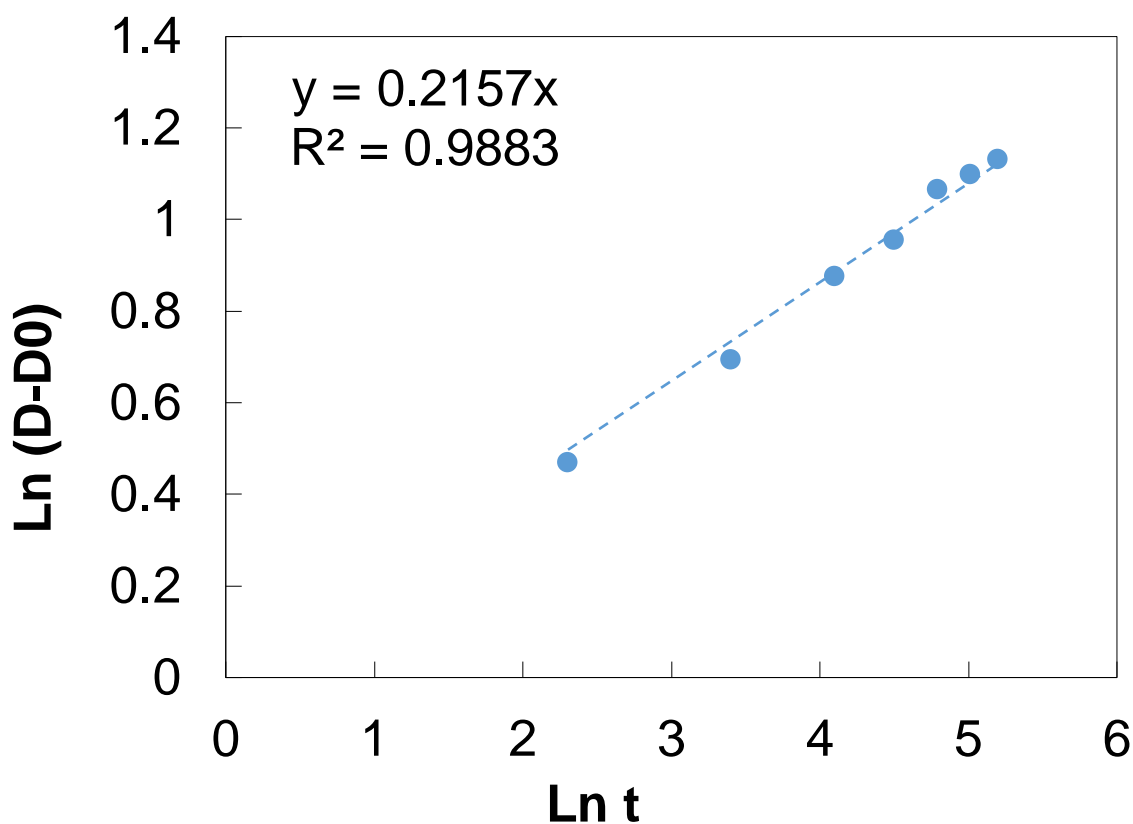


Figura 47. Cinética de crecimiento de grano normal durante el recocido de muestras con 25% de reducción en espesor.

Por lo general, un incremento en la temperatura causa un incremento en el exponente  $n$  lo cual indica que la cinética de crecimiento es más rápida [26]. Lo anterior, está relacionado con la disminución en la fuerza de arrastre, durante la movilidad de los límites de grano, la cual disminuye conforme la temperatura se incrementa. El exponente  $n$  también puede ser incrementado con la disminución en la cantidad de soluto debido a que la fuerza de arrastre es menor (efecto Zener). El exponente de crecimiento de grano en Fe para tratamientos isotérmicos realizados a 850 °C es alrededor de 0.4 [26, 28], el cual es mayor que el obtenido en el presente trabajo ( $n = 0.22$ ). Es bien conocido, que para altas concentraciones de soluto, la velocidad de migración de límites de grano es controlada por procesos difusivos [26, 28]. Por lo tanto, los resultados obtenidos en el presente trabajo indican que la cinética de crecimiento en el acero experimental es menor que en Fe puro debido a la presencia de carburos en el material de llegada.

## CONCLUSIONES

En el presente estudio, la combinación de la deformación plástica y subsecuente recocido de una ruta de procesamiento alterna para el desarrollo de acero eléctricos no orientados, ha permitido establecer los factores que inhiben el desarrollo de microestructuras de tipo columnar, con las cuales se pudiera mejorar el comportamiento magnético de AEGNO. A continuación se enlistan las principales conclusiones que pueden enlistarse a partir de los resultados obtenidos en el presente trabajo:

1. Las temperaturas críticas de transformación de fase  $Ac_1$  y  $Ac_3$ , disminuyen con incrementos en el grado de deformación plástica, lo cual se relaciona con la mayor facilidad para la disolución de la perlita que tiene lugar durante la transformación  $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \gamma\text{-Fe}$  en el calentamiento, con el incremento en el grado de desorientación.

Sin embargo, a la temperatura del tratamiento térmico investigada ( $T=850\text{ }^\circ\text{C}$ ), la proporción de  $\alpha\text{-Fe}$  y  $\gamma\text{-Fe}$  es muy similar.

2. Las muestras deformadas plásticamente, exhiben un gradiente de desorientación a lo largo del espesor del acero, el cual se minimiza con incrementos en el grado de deformación plástica, resultando en una deformación más uniforme a través del espesor.

3. El crecimiento de grano columnar, es favorecido por la existencia de un gradiente de desorientación y un gradiente de concentración de C, el cual es originado por la transformación de fase  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$  inducida por la decarburación.

La disminución en el gradiente de energía y el incremento en el grado de desorientación promueven el desarrollo de microestructuras de tipo equiaxial.

4. La energía acumulada, en muestras con 25% de reducción en espesor promueve la recristalización primaria del acero deformado dando por resultado granos recristalizados muy pequeños, en comparación con el tamaño



observado en muestras con y sin deformación (0 y 5% de reducción en espesor).

5. La cinética de la decarburación exhibe un buen ajuste con el modelo de decarburación de Wagner de aleaciones Fe-C con transformación de fase. En el caso de muestras con 15 y 25% de reducción en espesor, la cinética de la decarburación es más lenta que la predicha por el modelo particularmente para tiempos mayores o iguales que 150 min.

Este comportamiento puede estar relacionado con una mayor adherencia del óxido formado al disminuir la rugosidad de la superficie del material.

6. Aunque la decarburación es más significativa en muestras con 25% de reducción en espesor, la microestructura consiste en granos de ferrita equiaxiales muy pequeños, lo cual permite concluir que la decarburación rápida no es la única condición para el desarrollo de granos columnares.

## RECOMENDACIONES

Los resultados obtenidos en el presente trabajo muestran que el crecimiento de grano columnar solamente ocurre cuando el grado de desorientación es muy bajo es decir, cuando el material se encuentra en condición de “recristalizado”. Adicionalmente, para que ocurra el crecimiento direccional hacia el centro del acero, es necesario promover una desestabilización química, con el fin de originar un gradiente de concentración de carbono y la transformación isotérmica  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$ .

Considerando que durante el procesamiento mediante laminación en frío el acero tiene que ser sometido a una reducción en espesor de aproximadamente 79%, resulta difícil producir este tipo de morfología durante el recocido isotérmico subsecuente. Debido a que, como se observó en el presente trabajo, para deformaciones del 25% la energía almacenada es suficiente para que ocurra la recristalización primaria, la cual promueve el desarrollo de granos con morfología equiaxial de tamaño muy pequeño.

Por lo tanto, para promover el crecimiento de grano columnar después de la laminación en frío se recomienda someter el acero laminado en frío a un tratamiento térmico escalonado.

En la primera etapa del recocido, será necesario promover la recristalización del acero con el fin de minimizar el grado de desorientación. En la segunda etapa, será necesario promover la transformación isotérmica  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$  para producir el crecimiento direccional y promover el crecimiento columnar.

Para determinar las temperaturas óptimas del recocido en ambas etapas, será necesario determinar nuevamente las temperaturas de transformación  $A_{c1}$  y  $A_{c3}$  en el acero, ya que estas temperaturas dependen significativamente de la composición química y de acuerdo con los resultados de este estudio, el contenido de carbono se reduce significativamente durante el recocido intercrítico del material de llegada.

## TRABAJOS FUTUROS

Los aspectos que no fueron cubiertos en el presente trabajo abren nuevas líneas de investigación que pueden ser consideradas para trabajos futuros. A continuación se enlistan aquellas de mayor interés:

1. Estudiar los efectos de la deformación plástica y del recocido intercrítico sobre la evolución de la textura cristalográfica. Es bien conocido que este parámetro microestructural juega un papel importante durante el crecimiento anormal de grano. Por lo tanto, las muestras con 0, 5 y 15% de reducción en espesor sometidas a tratamiento térmico, pudieran ser un medio factible para promover texturas preferenciales en aceros eléctricos,  $\{001\}$ //NP y  $\{110\}$ //NP (comúnmente observadas durante el crecimiento selectivo), con lo cual se pudieran optimizar sus propiedades magnéticas.
2. Investigar los efectos de los cambios microestructurales causados por la deformación plástica y el recocido intercrítico (tamaño de grano, contenido de carbono, textura cristalográfica) sobre la microestructura y el comportamiento magnético del producto final (después de la laminación en frío a espesores alrededor de 0.5 mm y del recocido final). El incremento en el tamaño de grano y la reducción en el contenido de carbono favorecen el comportamiento magnético de estos aceros. Por lo tanto, las muestras con 0%, 5% y 15% de reducción en espesor sometidas a tratamiento térmico en la región bifásica, en las cuales se obtuvo un crecimiento de grano considerable y una reducción en el contenido de carbono, pudieran ser procesadas mediante laminación en frío hasta espesores finales y sometidas a un proceso de recocido, con el fin de mejorar su comportamiento magnético.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] "Crisis Energética Mundial". ISGRO, 2016. Disponible en: <http://www.ib.edu.ar/becaib/bib2006/trabajos/isgro.pdf>
- [2] K. Matsumura and R. Fukuda, "*Recent developments of non-oriented electrical steel sheets*", *Magnetics, IEEE Transactions on*, Vol. 20, No. 5, (1984) 1533-1538.
- [3] Y. Oda, M. Kohno, and A. Honda, "*Recent development of non-oriented electrical steel sheet for automobile electrical devices*", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 320, No. 20, (2008) 2430-2435.
- [4] H. D. Fu, Z. H. Zhang, H. J. Pan, Y. K. Mo, and J. X. Xie, "*Warm/cold rolling processes for producing Fe-6.5wt% Si electrical steel with columnar grains*", *International Journal of Minerals Metallurgy and Materials*, Vol. 20, No. 6, (2013) 535-540.
- [5] Z. S. Xia, Y. L. Kang, and Q. L. Wang, "*Developments in the production of grain-oriented electrical steel*", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 320, No. 23, (2008) 3229-3233.
- [6] F. Grégori, K. Murakami, and B. Bacroix, "*The influence of microstructural features of individual grains on texture formation by strain-induced boundary migration in non-oriented electrical steels*", *Journal of Materials Science*, Vol. 49, No. 4, (2014) 1764-1775.
- [7] H. Pan, Z. Zhang, and J. Xie, "*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*, Vol. 47, No. 5, (2016) 2277-2285.
- [8] T. Tomida, "*{100}-textured 3% silicon steel sheets by manganese removal and decarburization*", *Journal of Applied Physics*, Vol. 79, No. 8, (1996) 5443.
- [9] Betania Biagini, "Pérdidas magnéticas en aceros electricos de ultra bajo carbono", *Asociación Argentina de Materiales*, Vol. 7, No. 2, (2010) 30-36.
- [10] K. M. Lee, M. Y. Huh, H. J. Lee, J. T. Park, J. S. Kim, E. J. Shin, O. Engler, "*Effect of hot band grain size on development of textures and magnetic properties in 2.0% Si non-oriented electrical steel sheet*", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 396, (2015) 53-64.
- [11] L. Xie, P. Yang, N. Zhang, C. Zong, D. Xia, and W. Mao, "*Formation of {100} textured columnar grain structure in a non-oriented electrical steel by phase transformation*", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 356, (2014) 1-4.
- [12] E. J. Gutiérrez-Castañeda and A. Salinas-Rodríguez, "*Effect of annealing prior to cold rolling on magnetic and mechanical properties of low carbon non-oriented electrical steels*", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 323, No. 20, (2011) 2524-2530.
- [13] F. Kováč, M. Džubinský, and Y. Sidor, "*Columnar grain growth in non-oriented electrical steels*", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 269, No. 3, (2004) 333-340.

- [14] Y. Sidor, F. Kováč, and T. Kvackaj, "Grain growth phenomena and heat transport in non-oriented electrical steels", *Acta Materialia*, Vol. 55, No. 5, (2007) 1711-1722.
- [15] F. Kováč, V. Stoyka, and I. Petryshynets, "Strain-induced grain growth in non-oriented electrical steels", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 320, No. 20, (2008) e627-e630.
- [16] T. Tomida, N. Sano, K. Ueda, K. Fujiwara, and N. Takahashi, "Cube-textured Si-steel sheets by oxide-separator-induced decarburization and growth mechanism of cube grains", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 254–255, (2003) 315-317.
- [17] M. Džubinský, Y. Sidor, and F. Kováč, "Kinetics of columnar abnormal grain growth in low-Si non-oriented electrical steel", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 385, No. 1–2, (2004) 449-454.
- [18] E. J. Gutiérrez Castañeda, "Desarrollo de distribuciones preferenciales de orientaciones en laminas de aceros eléctricos no orientados de bajo-C", tesis de doctorado, Centro de Investigación y Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional, Arizpe, Coahuila, 2012.
- [19] ASTM E-1019-11 "Standard Test Methods for determination of Carbon, Sulfur, Nitrogen, and Oxygen in Steel, Iron, Nickel, and Cobalt Alloys by Various Combustion and Fusion Thecnics", 2011.
- [20] ASTM E-415-15 "Standard Test Method for Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry", 2015.
- [21] A.R. Marder, S.M. Perpetua, J.A. Kowalik, and E. T. Stephenson, "The effect of carbon content on the kinetics of decarburization in Fe-C alloys", *Journal Metallurgical Transactions A*, Vol. 16A, (1985) 1160-1163.
- [22] J.H. Swisher, *Trans. TMS-AIME*, Vol. 242, (1968) 763-65.
- [23] J. Pyyry and E Kettunen, *Scand. Journal Met.*, Vol. 2, (1973) 265-68.
- [24] R.P. Smith, *Trans. TMS-AIME*, Vol. 224, (1962) 105-11.
- [25] ASTM E-112-13 "Standard Test Methods for Determining Average Grain Size", 2013.
- [26] F. Haessner, "Recrystallization of Metallic Materials", 2a. edición, R. Verlag GmbH, Stuttgart, Germany: Institut für Werkstoffkunde und Herstellungsverfahren Technische Universität Braunschweig, 1978.
- [27] P. R. Rios, F. Siciliano Jr, H. R. Zschommler Sandimc, R. L. Plautd, A. F. Padilhad, "Nucleation and growth during recrystallization," *Materials Research*, Vol. 8, No. 3, (2005) 225-238.
- [28] R. Abbaschian, L. Abbaschian, and R. E. Reed-Hill, "Physical Metallurgy Principles", 4a. edición, CENGAGE Learning, Australia, 2008.
- [29] C. G. de. Andrés, F. G. Caballero, C. Capdevila, and L. F. Alvarez, "Application of dilatometric analysis to the study of solid-solid phase transformations in steels", Department of Physical Metallurgy, Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC), Madrid, España.
- [30] A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, and D. P. Field, "Electron Backscatter Diffraction in Materials Science", 2a. edición, springer, 2000.

- [31] T. A. Bennett, P. N. Kalu and A. D. Rollett, "*Strain-induced selective growth in 1.5% temper-rolled Fe~1%Si*", *Microscopy and Microanalysis*, Vol. 17, No. 3, (2011) 362-367.
- [32] R. D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, A.D. Rollett, "*Current issues in recrystallization: a review*", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 238, No. 2, (1997) 219-274.
- [33] O'Handley, "*Modern Magnetic Materials: Principles and Applications*," 1a. edición, John Wiley and Sons, INC. New York, 2000.
- [34] ASM international, "*Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials*". 1992.
- [35] P. Beckley, "*ELECTRICAL STEELS: for rotating machines*", United Kingdom: The institution of electrical engineers, London, 2002.
- [36] D. E. Laughlin, K. Hono, "*Physical Metallurgy*", 5a. edición, Elsevier, Amsterdam, 2014.
- [37] A. Haldar, S. Suwas, and D. Bhattacharjee, "*Microstructure and Texture in Steels and Other Materials. Jamshedpur*", 1a. edición, Springer, India, 2008.
- [38] X. Cheng, Z. Jiang, D. Wei, L. Hao, J. Zhao, and L. Jiang, "*Oxide scale characterization of ferritic stainless steel and its deformation and friction in hot rolling*", *Tribology International*, Vol. 84, (2015) 61-70.
- [39] J. E. Merwin and K. L. Johnson, "*An analysis of plastic deformation in rolling contact*", *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, Vol. 177, No. 25, (1963) 676-690.
- [40] G. A. Pantiu, "Modelo de disolución de carburos en acero de alto carbono", tesis de maestría, Universidad Nacional de General San Martín, Republica de Argentina, 2004.
- [41] F. García Caballero, "Modelización de las transformaciones de fase en calentamiento continuo de aceros con microestructura inicial de ferrita, perlita y ferrita-perlita", tesis de doctorado, Universidad Complutense de Madrid, Madrid, 1999.
- [42] H. Duarte Alvarenga, N. Van Steenberge, J. Sietsma, and H. Terryn, "*The kinetics of formation and decomposition of austenite in relation to carbide morphology*", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 48, No. 2, (2017) 828-840.
- [43] V. A. Esin, B. Denand, Qu. Le Bihan, M. Dehmas, J. Teixeira, G. Geandier, S. Denis, T. Sourmail, E. Aeby-Gautier, "*In situ synchrotron X-ray diffraction and dilatometric study of austenite formation in a multi-component steel: Influence of initial microstructure and heating rate*", *Acta Materialia*, Vol. 80, (2014) 118-131.
- [44] H. Zhang, K. G. Pradeep, S. Mandal, D. Ponge, and D. Raabe, "*New insights into the austenitization process of low-alloyed hypereutectoid steels: Nucleation analysis of strain-induced austenite formation*", *Acta Materialia*, Vol. 80, (2014) 296-308.
- [45] A. A. Bataev, L. I. Tushinskii, V. A. Bataev, and L. B. Zuev, "*Features of the plastic deformation of steels with lamellar pearlite structure*", *Russian Physics Journal*, Vol. 39, No. 7, (1996) 603-608.

- [46] É. V. Kozlov, D. M. Zakirov, N. A. Popova, Yu. F. Ivanov, V. E. Gromov, L. N. Ignatenko, and V. Ya. Tsellermaer, "*Substructural phase transitions during intense plastic deformation of low-carbon ferrite-perlite steel*", Russian Physics Journal, Vol. 41, No. 3, (1998) 248-254.
- [47] V. M. Schastlivtsev, I. L. Yakovleva, L. E. Kar'kina, Yu. V. Khlebnikova, and T. I. Tabatchikova, "*Crystallographic analysis of defects in cementite and evolution of the lamellar-perlite structure in carbon steel under annealing*", Doklady Physics, Vol. 47, No. 6, (2002) 451-453.
- [48] E. Gutiérrez-Castañeda, A. Salinas-Rodríguez, R. Deaquino-Lara, and F. Márquez-Torres, "*High temperature oxidation and its effects on microstructural changes of hot-rolled low carbon non-oriented electrical steels during air annealing*", Oxidation of Metals, Vol. 83, No. 3, (2015) 237-252.
- [49] R. Y. Chen and W. Y. D. Yeun, "*Review of the high-temperature oxidation of iron and carbon steels in air or oxygen*", Oxidation of Metals, Vol. 59, No. 5/6, (2003) 433-468.
- [50] M. A. E. Jepson and R. L. Higginson, "*In situ observation of the oxidation of S32101 duplex stainless steel at 900 °C*", Corrosion Science, Vol. 59, (2012) 263-269.
- [51] ASM International, "*Heat Treating*", Vol 4, ASM handbook, 1991
- [52] Y. Guo, F. Dai, and S. Yang, "*A model study of thermal characteristics of decarburization annealing furnace for silicon steel strip*", Applied Thermal Engineering, Vol. 99, (2016) 537-544.
- [53] S. Larose and R. A. Rapp, "*Review of low-temperature oxidation of carbon steels and low-alloy steels for use as high-level radioactive waste package materials*", Nuclear Regulatory Commission, CNWRA 97-003, (1997).
- [54] M. Džubinský, V. Petrychka, Y. Sidor, and F. Kováč, "*Microstructure design in non-oriented electrical steel*", Czechoslovak Journal of Physics, Vol. 54, No. 4, (2004) 101-104.
- [55] Y. Sidor and F. Kováč, "*Microstructural aspects of grain growth kinetics in non-oriented electrical steels*", Materials Characterization, Vol. 55, (2005) 1-11.
- [56] D. E. Jiang and E. A. Carter, "*Carbon dissolution and diffusion in ferrite and austenite from first principles*", Physical Review B, Vol. 67, (2003).
- [57] J. Humphreys and M. Hatherly, "*Recrystallization and Related Annealing Phenomena*", 2a. edición, Elsevier, (1995).

- [1] M. d. l. A. ISGRO. (2016, 13 noviembre). *Crisis Energética Mundial*. Available: <http://www.ib.edu.ar/becaib/bib2006/trabajos/isgro.pdf>
- [2] K. Matsumura and R. Fukuda, "Recent developments of non-oriented electrical steel sheets," *Magnetics, IEEE Transactions on*, vol. 20, no. 5, pp. 1533-1538, 1984.
- [3] Y. Oda, M. Kohno, and A. Honda, "Recent development of non-oriented electrical steel sheet for automobile electrical devices," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 320, no. 20, pp. 2430-2435, 10// 2008.
- [4] H.-d. Fu, Z.-h. Zhang, H.-j. Pan, Y.-k. Mo, and J.-x. Xie, "Warm/cold rolling processes for producing Fe-6.5wt% Si electrical steel with columnar grains," *International Journal of Minerals Metallurgy and Materials*, vol. 20, no. 6, pp. 535-540, Jun 2013.
- [5] Z. S. Xia, Y. L. Kang, and Q. L. Wang, "Developments in the production of grain-oriented electrical steel," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 320, no. 23, pp. 3229-3233, Dec 2008.
- [6] F. Grégori, K. Murakami, and B. Bacroix, "The influence of microstructural features of individual grains on texture formation by strain-induced boundary migration in non-oriented electrical steels," *Journal of Materials Science*, vol. 49, no. 4, pp. 1764-1775, 2014// 2014.
- [7] H. Pan, Z. Zhang, and J. Xie, "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*, vol. 47, no. 5, pp. 2277-2285, 2016// 2016.
- [8] T. Tomida, "(100)-textured 3% silicon steel sheets by manganese removal and decarburization," *Journal of Applied Physics*, Article vol. 79, no. 8, p. 5443, 1996.
- [9] U. C. d. Cordoba, "PÉRDIDAS MAGNÉTICAS EN ACEROS ELECTRICOS DE ULTRA BAJO CARBONO," vol. 7, ed. Cordoba Argentina: Asociación Argentina de Materiales, 2010.
- [10] K. M. Lee et al., "Effect of hot band grain size on development of textures and magnetic properties in 2.0% Si non-oriented electrical steel sheet," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 396, pp. 53-64, 12/15/ 2015.



- [11] L. Xie, P. Yang, N. Zhang, C. Zong, D. Xia, and W. Mao, "Formation of {100} textured columnar grain structure in a non-oriented electrical steel by phase transformation," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Article vol. 356, pp. 1-4, 4/1/April 2014 2014.
- [12] E. J. Gutierrez-Castaneda and A. Salinas-Rodriguez, "Effect of annealing prior to cold rolling on magnetic and mechanical properties of low carbon non-oriented electrical steels," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 323, no. 20, pp. 2524-2530, Oct 2011.
- [13] F. Kováč, M. Džubinský, and Y. Sidor, "Columnar grain growth in non-oriented electrical steels," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 269, no. 3, pp. 333-340, 3// 2004.
- [14] Y. Sidor, F. Kovac, and T. Kvackaj, "Grain growth phenomena and heat transport in non-oriented electrical steels," *Acta Materialia*, vol. 55, no. 5, pp. 1711-1722, 3// 2007.
- [15] F. Kovac, V. Stoyka, and I. Petryshynets, "Strain-induced grain growth in non-oriented electrical steels," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 320, no. 20, pp. e627-e630, 10// 2008.
- [16] T. Tomida, N. Sano, K. Ueda, K. Fujiwara, and N. Takahashi, "Cube-textured Si-steel sheets by oxide-separator-induced decarburization and growth mechanism of cube grains," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 254-255, pp. 315-317, 1// 2003.
- [17] M. Džubinský, Y. Sidor, and F. Kováč, "Kinetics of columnar abnormal grain growth in low-Si non-oriented electrical steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 385, no. 1-2, pp. 449-454, 11/15/ 2004.
- [18] Gutierrez, Castañeda, and E. José, "Desarrollo de distribuciones preferenciales de orientaciones en laminas de aceros eléctricos no orientados de bajo-C," ed. Ramos Arizpe, Coahuila: Centro de Investigación y Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional, 2012.
- [19] *ASTM E-1019-11 Standard Test Methods for determination of Carbon, Sulfur, Nitrogen, and Oxygen in Steel, Iron, Nickel, and Cobalt Alloys by Various Combustion and Fusion Techniques*, 2011.
- [20] *ASTM E415 - 15 Standard Test Method for Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry*, 2015.

- [21] M. A. R., P. S.M., K. J. A., and S. E. T., "The Effect of Carbon Content on the kinetics of Decarburization in Fe-C alloys," in *Metallurgical and Materials Transactions A*, ed: ASM International, The Materials Information Society, and The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), 1985.
- [22] S. J. H., vol. 242, pp. 763-65
- [23] P. J. and K. P., vol. 2, pp. 265-68
- [24] S. R. P., vol. 224, pp. 105-11
- [25] *ASTM E112-13 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*, 2013.
- [26] R. Verlag GmbH, F. Haessner, Ed. *Recrystallization of Metallic Materials*, 2 ed. Stuttgart, Germany: Institut für Werkstoffkunde und Herstellungsverfahren Technische Universität Braunschweig, 1978.
- [27] S. F. J. Rangel R.P, "Nucleation and Growth During Recrystallization," *Materials Research*, vol. 8, no. 3, pp. 225-238, 2005.
- [28] A. Reza, A. Lara, and R. E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*, Fourth ed. 2008.
- [29] C. G. d. Andrés, F. G. Caballero, C. Capdevila, and L. F. Alvarez, "Application of dilatometric analysis to the study of solid-solid phase transformations in steels," ed. Madrid, España: Department of Physical Metallurgy

Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM)

Consejo Superior de Investigaciones Cientificas (CSIC).

- [30] A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, and D. P. Field, *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, 2 ed. springer, 2000.
- [31] T. A. B. N. K. A. D. Rollet, "Strain-Induced Selective Growth in 1.5% Temper-Rolled Fe~1%Si," vol. 17, ed, 2011, pp. 362-367.
- [32] R. D. Doherty *et al.*, "Current issues in recrystallization: a review," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 238, no. 2, pp. 219-274, 11/15/ 1997.
- [33] O'Handley and R. C., *Modern Magnetic Materials: Principles and Applications*. Massachusetts: John Wiley and Sons, INC., 2000.
- [34] J. D. Destefani, *Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials*. 1992.

- [35] P. Beckley, *ELECTRICAL STEELS: for rotating machines*. London, United Kingdom: The institution of electrical engineers, 2002.
- [36] H. K., L. D. E., Ed. *Physical Metallurgy*, Fifth ed. Amsterdam, Netherlands: ELSEVIER, 2014.
- [37] A. Haldar, S. Suwas, and D. Bhattacharjee, Eds. *Microstructure and Texture in Steels and Other Materials*. Jamshedpur, India: Springer, 2008.
- [38] S. Biswas, "Simulation of the Thermo-mechanical Deformation in High Speed Rolling of Long Steel Products," ed: Worcester Polytechnic Institute, 2003.
- [39] J. E. Merwin and K. L. Johnson, "An Analysis of Plastic Deformation in Rolling Contact," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, vol. 177, no. 1, pp. 676-690, 1963/06/01 1963.
- [40] Pantiu, Abel, and G., "Modelo de Disolucion de Carburos en Acero de Alto Carbono," Maestria, Comisión Nacional de Energía Atómica, Universidad Nacional de General San Martín, Republica de Argentina, 2004.
- [41] García, Caballero, and Francisca, "Modelizacion de las Transformaciones de Fase en Calentamiento Continuo de Aceros con Microestructura Inicial de Ferrita, Perlita y Ferrita-Perlita," Doctorado, Departamento de Física de Materiales, Universidad Complutense de Madrid, Madrid, 1999.
- [42] H. D. Alvarenga, N. Van Steenberge, J. Sietsma, and H. Terry, "The Kinetics of Formation and Decomposition of Austenite in Relation to Carbide Morphology," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 48, no. 2, pp. 828-840, 2017// 2017.
- [43] V. A. Esin *et al.*, "In situ synchrotron X-ray diffraction and dilatometric study of austenite formation in a multi-component steel: Influence of initial microstructure and heating rate," *Acta Materialia*, vol. 80, pp. 118-131, 11// 2014.
- [44] H. Zhang, K. G. Pradeep, S. Mandal, D. Ponge, and D. Raabe, "New insights into the austenitization process of low-alloyed hypereutectoid steels: Nucleation analysis of strain-induced austenite formation," *Acta Materialia*, vol. 80, pp. 296-308, 11// 2014.
- [45] A. A. Bataev, L. I. Tushinskii, V. A. Bataev, and L. B. Zuev, "Features of the plastic deformation of steels with lamellar perlite structure," *Russian Physics Journal*, vol. 39, no. 7, pp. 603-608, 1996// 1996.

- [46] É. V. Kozlov *et al.*, "Substructural phase transitions during intense plastic deformation of low-carbon ferrite-perlite steel," *Russian Physics Journal*, vol. 41, no. 3, pp. 248-254, 1998// 1998.
- [47] V. M. Schastlivtsev, I. L. Yakovleva, L. E. Kar'kina, Y. V. Khlebnikova, and T. I. Tabatchikova, "Crystallographic analysis of defects in cementite and evolution of the lamellar-perlite structure in carbon steel under annealing," *Doklady Physics*, vol. 47, no. 6, pp. 451-453, 2002// 2002.
- [48] E. Gutiérrez-Castañeda, A. Salinas-Rodríguez, R. Deaquino-Lara, and F. Márquez-Torres, "High Temperature Oxidation and Its Effects on Microstructural Changes of Hot-Rolled Low Carbon Non-oriented Electrical Steels During Air Annealing," *Oxidation of Metals*, vol. 83, no. 3, pp. 237-252, 2015// 2015.
- [49] R. Y. Chen and W. Y. D. Yeun, "Review of the High-Temperature Oxidation of Iron and Carbon Steels in Air or Oxygen," *Oxidation of Metals*, vol. 59, no. 5, pp. 433-468, 2003// 2003.
- [50] M. A. E. Jepson and R. L. Higginson, "In situ observation of the oxidation of S32101 duplex stainless steel at 900 °C," *Corrosion Science*, vol. 59, pp. 263-269, 6// 2012.
- [51] A. international, *Heat Treating*. 1991.
- [52] Y. Guo, F. Dai, and S. Yang, "A model study of thermal characteristics of decarburization annealing furnace for silicon steel strip," *Applied Thermal Engineering*, vol. 99, pp. 537-544, 4/25/ 2016.
- [53] S. Larose and R. A. Rapp, "REVIEW OF LOW-TEMPERATURE OXIDATION OF CARBON STEELS AND LOW-ALLOY STEELS FOR USE AS HIGH-LEVEL RADIOACTIVE WASTE PACKAGE MATERIALS,"
- [54] M. Džubinský, V. Petrychka, Y. Sidor, and F. Kováč, "Microstructure Design in Non-oriented Electrical Steel," *Czechoslovak Journal of Physics*, vol. 54, no. 4, pp. 101-104.
- [55] Y. Sidor and F. Kovac, "Microstructural aspects of grain growth kinetics in non-oriented electrical steels," *Materials Characterization*, vol. 55, no. 1, pp. 1-11, 7// 2005.
- [56] J. D. E. and C. E. A., *Carbon dissolution and diffusion in ferrite and austenite from first principles*. Los Angeles, California: PHYSICAL REVIEW B 67, 2003.

[57] J. Humphreys and M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Oxford: Pergamon, 1995, pp. xix-xx.