

Incidencia del recocido bajo atmósfera de nitrógeno en el tamaño de grano, textura y pérdidas en el núcleo (10 - 1.000 Hz) en cintas microcristalinas Fe - 6,4 % Si obtenidas por solidificación rápida

I. Ibarondo^(*), J. Degauque^(**), V. Recarte^(***) y J.M. San Juan^(***)

Resumen En el presente trabajo se describe la obtención de cintas microcristalinas Fe - 6,4 % Si por solidificación rápida. Sobre el material así obtenido, se estudió el efecto que la atmósfera (N₂) y la temperatura de recocido (900 - 1.100 °C) ejercen en la estructura micrográfica, tamaño de grano y textura inducida y, en consecuencia, en la cifra de pérdidas totales ((1,0 T) 10 - 1.000 Hz.). Los resultados obtenidos muestran, en todos los casos, una cifra de pérdidas inferior al mejor grado de la chapa magnética no orientada procesada convencionalmente. Esto adquiere especial relieve en el intervalo de frecuencias comprendido entre 50 - 400 Hz.

Palabras clave: **Solidificación rápida. Chapa magnética de alto contenido de silicio. Tratamiento térmico. Tamaño de grano. Texturas. Cifra de pérdidas.**

Incidence of the annealing under nitrogen atmosphere on the grain size, texture and core losses (10 - 1000 Hz) in Fe - 6.4 % Si microcrystalline ribbons obtained by rapid quenching

Abstract In the present research, high silicon (6.4 %) - iron microcrystalline ribbons were obtained by rapid quenching. In this material the incidence of the atmosphere (N₂) and the annealing temperature (900 - 1,100 °C) on the micrographic structure, grain size and texture and, as a consequence, in the total core losses ((1.0 T) 10 - 1,000 Hz) were studied. The analysis of the results shows that the core losses are, in all cases, lower than those of the highest grade of conventionally processed non-oriented magnetic steel sheets, this becoming specially noticeable in the frequency range between 50 - 400 Hz.

Keywords: **Rapid quenching. High silicon magnetic steel sheets. Annealing cycle. Grain size. Textures. Core losses.**

1. INTRODUCCIÓN

Actualmente, el proceso siderúrgico de fabricación de chapa magnética no orientada presenta

varias líneas de investigación y desarrollo (1-3). Dentro de éstas, cabe citar la obtención de aleaciones de alto contenido de silicio, Fe - 6,5 % Si, mediante solidificación rápida, dada la dificultad de su procesamiento mediante los procedimientos siderúrgicos convencionales.

El destino final del material así obtenido es la conformación de núcleos de máquinas eléctricas rotativas de alto rendimiento.

En efecto, este material presenta una cifra de pérdidas totales inferior a la de los materiales

(*) Dpto. de Física Aplicada I, Univ. del País Vasco. Javier Barcáiztegui, 21-5.B. 20010 - San Sebastián (España).

(**) Dpto. Genie Physique (INSA - CNRS), 31077 Toulouse (Francia).

(***) Dpto. Física de la Materia Condensada, Univ. del País Vasco, Lejona (Vizcaya, España).

convencionales, especialmente cuando trabaja en el intervalo de frecuencias comprendido entre 50 - 400 Hz, dado su alto contenido en silicio, 6,5 % (4), y poco espesor (5 y 6).

Si a esto añadimos, tras el tratamiento térmico final, un mínimo nivel de tensiones residuales junto a un tamaño de grano (150 - 200 μm) que minimice la cifra de pérdidas totales (7) y una textura tal, que elimine, en la medida de lo posible, las direcciones de difícil imanación del plano de la chapa, preservando, al mismo tiempo, la isotropía plana (8), tendremos un material especialmente adecuado al destino que hemos señalado.

Todas estas variables son, a su vez, función de los parámetros del proceso previo de solidificación rápida (9 y 10) y muy especialmente del tratamiento térmico final a que se somete este material, ya que dicho tratamiento tiene una influencia decisiva en el estado de tensiones interno, tamaño de grano y textura desarrollada, a través del tipo de recristalización primaria o terciaria, como función del rango de temperaturas y tipo de atmósfera empleada (11-13).

A la vista de todo ello, el objetivo del presente trabajo consistirá en el estudio de la incidencia que la atmósfera de recocido y la temperatura de recristalización ejercen en la estructura micrográfica, en el tamaño de grano y en la textura inducida y, en consecuencia, en la cifra de pérdidas totales (1,0 T, 10 - 1.000 Hz.). Realizándose todo ello en condiciones que simulan las del futuro proceso industrial de fabricación y al menor coste económico posible.

A este fin, se emplearon dos ciclos de recocido bajo atmósfera de nitrógeno, ciclos I y II, de baja ($q = 900\text{ }^\circ\text{C}$) y alta ($q = 1.100\text{ }^\circ\text{C}$) temperatura de recristalización, respectivamente, comparando finalmente los resultados aquí obtenidos con los que se derivan del empleo de otras atmósferas en el tratamiento térmico final (Ar y vacío), así como con los obtenidos en los procesos siderúrgicos convencionales.

2. PROCESO DE FABRICACIÓN

De conformidad con este objetivo se fabricaron cintas microcristalinas Fe - 6,4 % Si de 25 mm \times 38,2 μm . Los principales parámetros de los proce-

dos de sinterizado y primera fusión se encuentran en trabajos previos (14 y 15).

Por lo que respecta al proceso de solidificación rápida, éste se realizó mediante colada en régimen laminar (*planar flow casting*). Las temperaturas de fusión y colada fueron 1.550 y 1.490 $^\circ\text{C}$, respectivamente, vehiculándose el metal fundido, mediante argón (0,5 atm), sobre una rueda de acero inoxidable que gira con una velocidad tangencial periférica de 25 m/s. Todo ello bajo atmósfera protectora de argón.

Un estudio más detallado de los parámetros del proceso de fabricación y su incidencia en las dimensiones y forma de las cintas obtenidas, puede verse en el trabajo de Y. Gannac (16).

El material así obtenido fue sometido seguidamente a los tratamientos térmicos de baja (900 $^\circ\text{C}$, Ciclo I) y alta (1.100 $^\circ\text{C}$, Ciclo II) temperatura, bajo atmósfera de nitrógeno industrial (99,7 %), tal y como se detalla en la tabla I.

3. ENSAYOS REALIZADOS Y RESULTADOS OBTENIDOS

Sobre este material, tanto en estado bruto de colada como tratado térmicamente (ciclos I y II), se determinaron :

La estructura micrográfica y el tamaño de grano medio, medido éste tomando como base el promedio de juntas de grano seccionadas por una unidad de longitud fija, tal y como describe J. C. Russ (17).

La textura inducida en el material, determinada mediante difracción de rayos X, utilizando para ello la radiación $K\alpha$ característica del cobre con monocromador de grafito. De esta forma, se obtiene la proporción, en área, de planos cristalográficos con orientaciones $\{hkl\}$ paralelas a la superficie del material en relación al área total. Todo ello de conformidad con la metodología expuesta por Horta (18) (método de Harris (19) modificado). Todos estos resultados se muestran en la figura 1 y tabla II.

Asimismo, mediante el equipo experimental desarrollado por B. Viala (20) y a través de la visualización y medida de los parámetros del ciclo de histéresis, se determinó la cifra de pérdidas a 1,0 T

TABLA I.- Ciclos de recocido

TABLE I.- Annealing cycles

Ciclo	Atmósfera	Flujo (cm/s)	Temp. ($^\circ\text{C}$)	Tratamiento térmico		
				Tiempo (min)		
				Calentamiento	Mantenimiento	Enfriam. (40 $^\circ\text{C}$)
I	N ₂	5.9	900	20 - 21	180	50 - 55
II	N ₂	5.9	1100	27 - 29	180	66 - 75

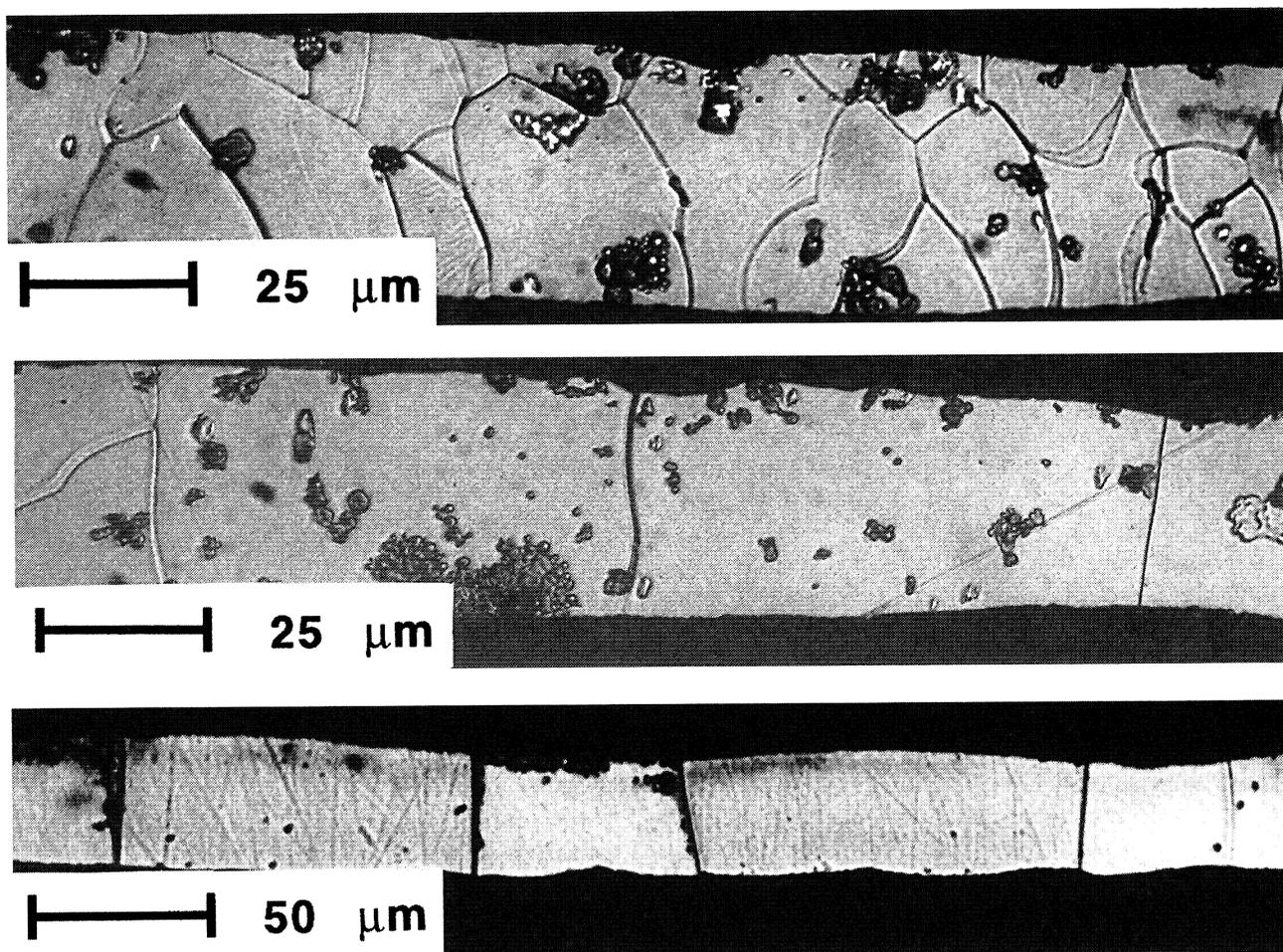


FIG. 1.— Estructuras micrográficas: Ciclo I, $D < t$. b) Ciclo I, $D > t$. c) Ciclo II, $D > t$; D = Tamaño de grano medio; t = espesor del material.

FIG. 1.— Micrographic structures: Cycle I, $D < t$. b) Cycle I, $D > t$. c) Cycle II, $D > t$. D = Average grain size. t = Material thickness.

en el intervalo de frecuencias comprendido entre 10 y 1.000 Hz, tal y como se muestra en la figura 2.

4. ANÁLISIS DE RESULTADOS

A la vista de los resultados obtenidos, se analizan, de conformidad con el objetivo del presente trabajo, la incidencia que los ciclos de recocido

bajo atmósfera de nitrógeno ejercen sobre el tamaño de grano y textura y, en consecuencia, en la cifra de pérdidas totales del material.

Por lo que respecta a la estructura micrográfica y tamaño de grano, de los resultados que se muestran en la figura 1 y tabla II, se desprende que el material tratado térmicamente mediante el ciclo I (900 °C) presenta dos estructuras micrográficas perfectamente diferenciadas, según sea el tamaño de

TABLA II.— Tamaño de grano y textura

TABLE II.— Grain size and texture

Atmósfera	Ciclo	Tamaño de grano (μm)		Area ($\{\text{hkl}\}/\{\text{total}\}$) %				
		$D < t$	$D > t$	110	200	211	310	222
Bruto colada Nitrógeno “	I	9.1 (0.23 \times t)	—	37.5	4.0	13.4	33.9	10.8
		15.9 (0.41 \times t)	93.9 (2.45 \times t)	13.1	0.7	4.6	81.6	0.0
	II	—	138.4 (3.62 \times t)	9.6	14.1	19.1	57.1	0.0

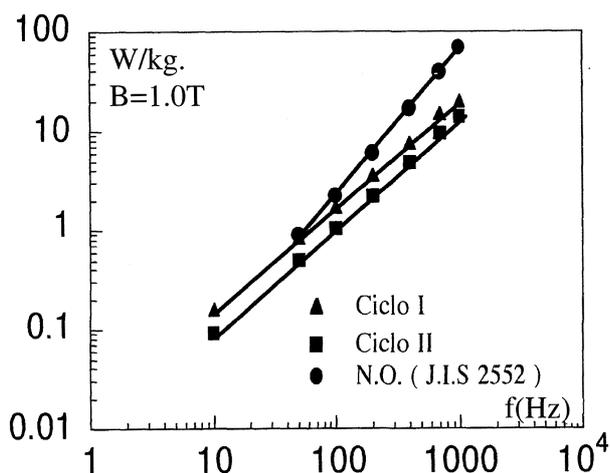


FIG. 2.— Incidencia de la temperatura en la cifra de pérdidas. Recocido bajo atmósfera de nitrógeno.

FIG. 2.— Incidence of temperature on core losses. Annealing under nitrogen atmosphere.

grano medio (D) menor que el espesor de la muestra (t) o mayor que la misma.

La primera estructura desaparece cuando el material se trata de acuerdo con el ciclo II (1.100 °C), aproximándose el tamaño de grano medio, 138,4 μm , al señalado anteriormente como óptimo (150 - 200 μm) en lo que a minimización de pérdidas totales se refiere.

Por otra parte, esto sugiere un proceso de recristalización no concluido, en el material recocido según el ciclo I, con la consiguiente presencia de tensiones residuales en el interior del material.

En lo que hace referencia a la textura desarrollada, los datos que figuran en la tabla II muestran, con respecto a las componentes no deseadas de textura {222} y {310}, la supresión de la primera en el material tratado térmicamente bajo cualquiera de ambos ciclos y el mantenimiento de la segunda como predominante en todos los casos.

Por otra parte, el ciclo II refuerza de manera notoria la componente de textura idónea {200}, mientras que el ciclo I presenta una textura más adecuada en lo que a las componentes positiva {110} y negativa {211} se refiere.

Finalmente, a la vista de los resultados que se muestran en la figura 2, cifra de pérdidas (1,0 T, 10 - 1.000 Hz), cabe afirmar que la disminución en la mencionada cifra de pérdidas (30 - 40 %) en los materiales tratados según el ciclo II, con respecto a aquellos procesados según el ciclo I, se debe esencialmente, en el caso de estos materiales tratados bajo atmósfera de nitrógeno, a un proceso de relajación de tensiones internas junto al crecimiento en el tamaño de grano, ya que las variaciones en la textura inducida no son, en su conjunto, significativas en términos cuantitativos.

5. ESTUDIO COMPARATIVO DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS EN EL PRESENTE TRABAJO FRENTE A LOS ALCANZADOS MEDIANTE EL EMPLEO DE DISTINTOS TIPOS DE ATMÓSFERAS DE RECOCIDO Y TÉCNICAS C.V.D.

Del análisis de los resultados que se muestran en la tabla III puede deducirse que:

Las cifras de pérdidas obtenidas en el presente trabajo (Fig. 2) son muy similares a las obtenidas en trabajos previos (21) cuando el material se somete a un recocido bajo atmósfera de argón.

Sin embargo, el empleo de determinados rangos de vacío (0,8 - 0,013 Pa) (22, 11 y 12) como atmósfera, en el tratamiento térmico final, promueve el desarrollo de un proceso de recristalización terciaria que conlleva, en este caso, el crecimiento de grano y desarrollo de una pronunciada textura {200} <0uv> que posibilita la obtención de cifras

TABLA III.— Estudio comparativo en la cifra de pérdidas de materiales magnéticos obtenidos por distintos procedimientos

TABLE III.— Comparative study of core losses in magnetic materials obtained by different siderurgical processes

Material	Proceso de fabricación	Tratamiento térmico	Espesor (μm)	Pérdidas W/kg (1.0 T)	
				f = 50 Hz	f = 400 Hz
N.O. (6.5 % Si)	Sol. Rápida	N ₂ 900 °C	38,2	0,83	7,58
"	"	N ₂ 1.100 °C	"	0,49	4,90
"	"	Argon 1.100 °C	"	0,44	4,61
"	"	Vacío 1.050 °C	30 - 50	0,30 - 0,40	2,85 - 3,90
N.O. (\approx 3.2 % Si)	Convencional	Convencional	350 - 500	0,95 - 1,00	15,0 - 17,0
N.O. (\approx 3.2 % Si)	Convencional	C.V.D.	50 - 100	0,58 - 0,70	6,1 - 7,0

de pérdidas netamente inferiores a las aquí obtenidas.

No obstante, ambos tipos de atmósferas (argón y vacío, especialmente esta última) presentan un sobrecoste económico importante.

El material procesado convencionalmente ($\approx 3,2$ % Si) (23 y 24) presenta cifras de pérdidas superiores a las obtenidas mediante solidificación rápida, siendo el incremento especialmente significativo a altas frecuencias (400 Hz). No obstante, la elevación del contenido de silicio ($\approx 6,5$ %) en la última fase del proceso mediante C.V.D. (25-27), coloca la cifra de pérdidas de este material en valores similares a los que se muestran en el presente trabajo.

6. CONCLUSIONES

De todo lo anteriormente expuesto cabe concluir que el material obtenido por solidificación rápida y recocido bajo atmósfera de nitrógeno industrial, incluso a baja temperatura (900 °C), presenta una cifra de pérdidas inferior al mejor grado de la chapa magnética no orientada procesada convencionalmente (grado FeV - 240 - 35 HA, norma UNE - EN - 10106:1996), siendo la diferencia más notable conforme aumenta la frecuencia de trabajo.

En el caso del material convencional enriquecido en silicio mediante C.V.D. la cifra de pérdidas final es intermedia entre las que se obtienen como consecuencia de la aplicación de los ciclos I y II a nuestro material.

Finalmente, la enorme simplificación del nuevo proceso siderúrgico aquí expuesto conlleva una notable reducción en los gastos de inversión y mantenimiento, así como un ahorro en mano de obra y costes energéticos.

Agradecimiento

El presente trabajo ha sido financiado por la Diputación F. de Guipúzcoa DF-22.

REFERENCIAS

- (1) MOSES, A.J. *J. Magn. Magn. Mater.*, 112, 1992: 150 - 155.
- (2) ARAI, K.I. y Ishiyama, K. *J. Magn. Magn. Mater.*, 133, 1994: 233 - 237.
- (3) FIORILLO, F. *J. Magn. Magn. Mater.*, 157/158, 1996: 428 - 431.
- (4) ARAI, K.I. y TSUYA, N. *I.E.E.E. Trans. Magn.*, MAG - 16 (1) 1980: 126 - 129.
- (5) YAMASHIRO, Y., YOSHIDA, Y., TESHIMA, N. y NARITA, K. *I.E.E.E. Trans. Magn.*, MAG - 18 (1) 1982: 1.421 - 1.423.
- (6) POTT-LANGEMEYER, M., RIEHEMANN, W. y HEYE, W. *Mat. Sci. Eng.*, A133, 1991: 204 - 208.
- (7) VIALA, B., DEGAUQUE, J., BARICCO, M., FERRARA, E., PASQUALE, M. y FIORILLO, F. *J. Magn. Magn. Mater.*, 160, 1996: 315 - 317.
- (8) SHIMANAKA, H., ITO, Y., MATSUMURA, K. y FUKUDA, B. *J. Magn. Magn. Mater.*, 26 (1 - 3), 1982: 57 - 64.
- (9) SATO, Y., SATO, T. y OKAZAKI, Y. *Mat. Sci. Eng.*, 99, 1988: 73 - 76.
- (10) TENWICK, M.J. y DAVIES, H.A. *Int. J. Rapid Solidif.*, 1 (2), 1985: 143 - 145.
- (11) ARAI, K.I., TSUTSUMITAKE, H. y OHMORI, K. *Trans. Jpn. Inst. Met.*, 25 (12), 1984: 855 - 862.
- (12) ARAI, K.I. y OHMORI, K. *Metall. Trans.*, 17A, 1986: 1.295 - 1.299.
- (13) CUNHA, M.A. y JOHNSON, G.W. *J. Mater. Sci.*, 25, 1990: 2.481 - 2.486.
- (14) IBARRONDO, I., SAN JUAN, J.M. y GONZALEZ, J. Proc. 7º Congr. Nac. de Ciencia y Tecnología. Metalúrgicas, CENIM (C.S.I.C.), III, Madrid (España), 1990 : 163 - 172.
- (15) IBARRONDO, I., SURIÑACH, S. y GONZALEZ, J. *J. Magn. Magn. Mater.*, 112, 1992: 232 - 234.G
- (16) GANNAC, Y. y DEGAUQUE, J. Tesis Doctoral, I.N.S.A. Toulouse (Francia) 1992: 75 - 87.
- (17) RUSS, J.C. *Practical Stereologie*, Plenum Press. Nueva York, 1986.
- (18) HORTA, R.S.M.B. *Trans. A.I.M.E.*, 245, 1969: 2.525 - 2.527.
- (19) BARRET, C.S. y MASSALSKI, T.B. *Structure of Metals*. McGraw-Hill, 1966: 204 - 205.
- (20) VIALA, B. y DEGAUQUE, J. Tesis Doctoral, I.N.S.A., Toulouse (Francia). 1994: 196 - 198.
- (21) IBARRONDO, I. y DEGAUQUE, J. Proc. XXV Bienal R.S.E.F, Santiago de Compostela (La Coruña, España), 1994: 263-264.
- (22) IBARRONDO, I., SAN JUAN, J.M. y GONZALEZ, J. *J. Magn. Magn. Mater.*, 101, 1991: 83 - 85.
- (23) Norma: U.N.E. - E.N. - 10106 : 1996.
- (24) Norma: J.I.S. C2552 : 1986.
- (25) HAJI, H., OSADA, K., HIRATANI, T., ABE, M. y NINOMIYA, M. *J. Magn. Magn. Mater.*, 160, 1996: 109 - 114.
- (26) CROTTIER-COMBE, S., AUDISIO, S., DEGAUQUE, J., PORTESEIL, J.L. y FERRARA, E. *J. Magn. Magn. Mater.*, 160, 1996: 151 - 153.
- (27) Nippon Kokan Super E - Core catalogue, Kawasaki - ku, Kawasaki, 210 Japón.