

**Congreso  
Nacional  
de Ciencia  
y Tecnología  
Metalúrgicas**

Asamblea General del CENIM  
Madrid, 3-5 octubre 1990

**National  
Conference  
On Metallurgical  
Science and  
Technology**

CENIM General Assembly  
Madrid, 3rd-5th October 1990

**VOL. III**

**PROCESOS Y TRANSFORMACION DE METALES  
PROCESSES AND TRANSFORMATION OF METALS**

**TECNICAS ANALITICAS / ANALYTICAL TECHNICALS  
ENSAYOS NO DESTRUCTIVOS / NON DESTRUCTIVE TESTING  
SOLDADURA / WELDING**



CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIONES  
METALÚRGICAS

# ESTUDIO DE LAS CARACTERÍSTICAS MAGNÉTICAS EN CINTAS CRISTALINAS DE ALTO CONTENIDO EN SILICIO (6.0-6.5%) OBTENIDAS POR ENFRIAMIENTO ULTRARRÁPIDO.

I. IBARRONDO (\*) Dr. I. Ind., Dto. Física Aplicada I, E.U.I.T.I.-Sn.Sn. (U.P.V.)  
J.M. SAN JUAN Dr. C. Fis., Dto. Física de la Materia Condensada, Lejona (U.P.V.)  
J. GONZALEZ Dr. C. Fis., Dto. Física de Materiales, Fac. C. Químicas, Apdo. 1072,  
20080 San Sebastián-Spain.

En el presente trabajo se exponen los parámetros del proceso de fabricación, en condiciones simulativas a las del futuro proceso industrial, de las cintas cristalinas de alto contenido en silicio obtenidas por enfriamiento ultrarrápido. El estudio de las características magnéticas de dichos materiales, en especial en lo que a la cifra de pérdidas magnéticas se refiere ( $W_{50\text{Hz}} = 1.0 \text{ W/Kg}$ ,  $W_{50\text{Hz}} = 2.1 \text{ W/Kg}$ ), permite concluir que dichas características son superiores a las del mejor grado de chapa magnética fabricada actualmente por procedimientos convencionales. Todo lo cual hace preveer su empleo masivo, a medio plazo, dadas sus ventajas técnicas y económicas.

## 1. INTRODUCCION

Sabido es, que los nuevos procesos de fabricación de materiales directamente desde el estado fundido, mediante enfriamiento ultrarrápido, permiten obtener una serie de nuevos materiales destinados a una gran variedad de aplicaciones, entre los que cabe destacar de manera preferente aquellos destinados a aplicaciones eléctricas y magnéticas.

Entre los más notorios, dentro de este campo de aplicaciones, se encuentran los materiales amorfos y las aleaciones cristalinas Fe-Si de alto contenido en Silicio (4-10%) obtenidas por este procedimiento.

Pues bien, los estudios realizados hasta la fecha (1-5) sobre las características magnéticas de estos últimos, permiten atribuirles un gran futuro, a medio plazo, como material sustitutorio de la chapa magnética convencional (1-3.5% Si), en los núcleos de máquinas eléctricas rotativas de alto rendimiento.

Si a ello añadimos las ventajas derivadas de la extraordinaria simplificación del proceso de fabricación, se deduce la importancia del estudio de las características magnéticas finales como función del proceso de fabricación de estos materiales, ya que a la relevancia de los aspectos científicos-técnicos del tema, se unen los económicos, derivados tanto de la simplificación del proceso productivo en si mismo como del volumen de producción involucrado en este sector del mercado y subsiguiente ahorro energético derivado del mismo.

En el presente trabajo se estudia el proceso de fabricación, en condiciones simulativas a las del futuro proceso industrial, y las características magnéticas de las cintas cristalinas de alto contenido en silicio (6-6.5%) obtenidas por enfriamiento ultrarrápido. Proceso este que ha de convertirse sin duda, en un plazo breve, en el proceso estandar de fabricación de la chapa magnética no-orientada (6-8).

## 2.- FUNDAMENTOS FISICOS

Es de señalar que en el caso de los materiales que estamos considerando, cintas de alto contenido en silicio obtenidas por enfriamiento ultrarrápido,



las características magnéticas finales dependen, al igual que en los materiales procesados de forma convencional (9-12), de las siguientes variables:

- Composición química.
  - . Elementos de aleación; en especial el contenido en silicio.
  - . Impurezas presentes.
- Espesor del material.
- Estado de tensiones internas existentes en el mismo.
- Tamaño de grano.
- Textura desarrollada en el material.

Siendo las mismas a su vez función de las variables operatorias del proceso de fabricación.

Pasemos a considerar seguidamente la incidencia de las principales variables en las características magnéticas finales del material.

En lo que al silicio se refiere (13,14), en el figura nº 1 puede verse el efecto de la adición de silicio sobre parámetros tales como imanación a saturación ( $B_s$ ), temperatura de Curie ( $T_c$ ), resistividad ( $\rho$ ), constantes de magnetostricción ( $\lambda_{100}$ ,  $\lambda_{111}$ ) y constante de anisotropía magnetocristalina ( $K_1$ ).

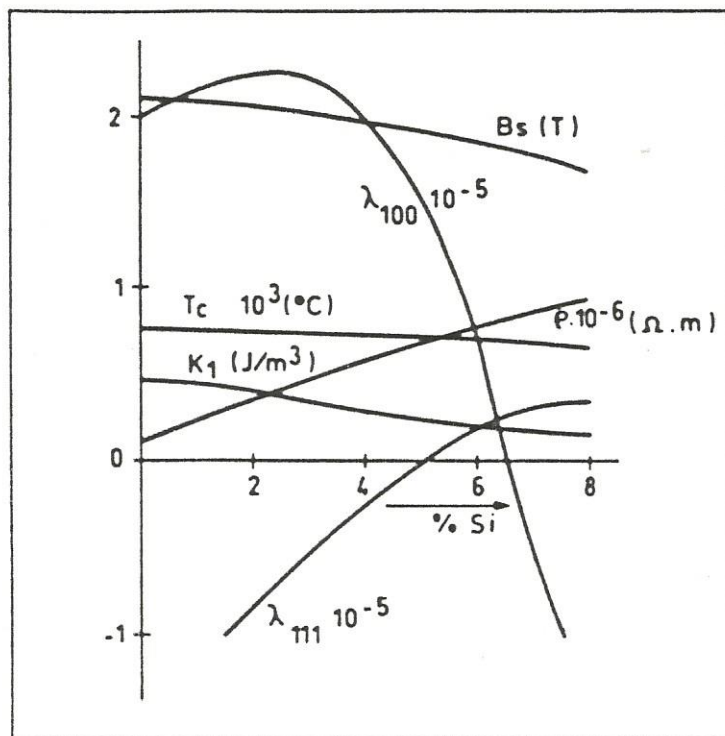


Fig. Nº 1 : EFECTO DE LA ADICION DE SILICIO SOBRE DIVERSOS PARAMETROS MAGNETICOS

Sabido es que en el caso de la imanación a saturación ( $B_s$ ) y temperatura de Curie ( $T_c$ ) la adición de silicio modifica negativamente estas propiedades debido a su efecto de diluyente magnético.

Por el contrario, el incremento en los valores de la resistividad comporta una disminución en la cifra de pérdidas por corrientes de Eddy ó Foucault.

Asimismo, la modificación en las constantes de magnetoestricción  $\lambda_{100}$  y  $\lambda_{111}$ , asociadas a las interacciones y energía magnetoelástica, que toman el valor cero para contenidos en silicio de 6.5% y 5.0% respectivamente, así como la disminución de la constante de anisotropía magnetocristalina ( $K_1$ ) asociada a una disminución en la intensidad de acoplamiento entre los orbitales y la red cristalina y por ende en la energía magnetocristalina, nos lleva a pensar en una disminución en la energía necesaria para que se verifique el proceso de conmutación magnética (pérdidas por histéresis).

Siendo el resultado de todo ello un mínimo en la cifra de pérdidas totales en el entorno del 6-6.5% de silicio.

En lo que al nivel de impurezas (C, S, N, ...) presentes en el material se refiere, es suficientemente conocido (15-17) que la presencia de las mismas, tanto en solución sólida como en forma de precipitados, dan lugar a la formación de barreras, que modificando la densidad de energía asociada a la pared de Bloch, se oponen al movimiento de la misma.

En este mismo sentido, de dificultar el movimiento de la pared de Bloch, actúan tanto el estado de tensiones existente en el material como el número de juntas de grano, (tamaño de grano), existente en el mismo.

Respecto a estas últimas cabe matizar, que si bien es deseable disponer del menor número posible de juntas de grano, al objeto de favorecer el libre desplazamiento de las paredes de Bloch minimizando de esta forma la cifra de pérdidas por histéresis, sin embargo, se ha constatado, de forma experimental, que a partir de un determinado tamaño de grano, y debido al incremento en la velocidad de desplazamiento de dicha pared, se produce un incremento en la cifra de pérdidas anómalas, situándose el óptimo para la suma de ambas pérdidas en un tamaño de grano del orden de  $100-150 \mu m$  (18).

Respecto a la textura a desarrollar en el material, es evidente que la inducción de una textura cubo no-orientada  $\{100\} \langle uvw \rangle$ , en la que se eliminan las direcciones de difícil imanación  $\langle 111 \rangle$  del plano de la chapa minimizándose como consecuencia de ello la energía magnetocristalina involucrada en el proceso global de imanación, es la más adecuada, ya que a la disminución en la cifra de pérdidas por histéresis añade la conservación de la isotropía plana, lo cual convierte a estas texturas en especialmente adecuadas para su empleo en máquinas rotativas de alto rendimiento.

De todo lo anterior se deduce la importancia de desarrollar un tratamiento térmico final que permita la optimización de las variables anteriormente mencionadas; estado de tensiones, tamaño de grano y textura.

En efecto, parámetros operatorios de la etapa de tratamiento térmico, tales como:

- . Ratios de calentamiento y enfriamiento.
- . Temperatura alcanzada y tiempo de permanencia en la fase de mantenimiento.
- . Tipo de atmósfera empleada en dicho tratamiento.



inciden de forma decisiva, a través de los procesos de recristalización primaria o terciaria, en las variables citadas y por ello en las características magnéticas finales.

A este respecto cabe señalar que diversos trabajos se han realizado (19-25) al objeto de promover, mediante un proceso de recristalización terciaria ( $\theta \approx 1100-1200^\circ\text{C}$ , atm: vacío), el consiguiente crecimiento de grano ( $1000-1200\ \mu\text{m}$ ) desarrollando simultáneamente una textura cubo no orientada  $\{100\} \langle uvw \rangle$ .

En el presente trabajo, y de conformidad al objetivo del mismo cual es la simulación del proceso en condiciones industriales, vamos a estudiar las características magnéticas finales alcanzables tras un tratamiento térmico a temperatura inferior ( $\theta = 900^\circ\text{C}$ ), atm: vacío) asociado al proceso de recristalización primaria.

### 3.- PROCESO DE FABRICACION

Con el fin de lograr dicho objetivo, se procedió a fabricar dicho material en el laboratorio bajo condiciones simulativas a las del futuro proceso industrial de fabricación.

Dicho proceso de fabricación estuvo constituido por las siguientes etapas:

- ETAPA DE FABRICACION DE LAS CINTAS CRISTALINAS DE ALTO CONTENIDO EN.SI-LICIO POR ENFRIAMIENTO ULTRARRAPIDO.

Dicha etapa comprende a su vez los siguientes procesos:

- Proceso de preparación previa; consistente en la dosificación, mezclado y prensado de la materia prima.

Obteniéndose de esta forma una mezcla hierro-silicio en forma cilíndrica ( $\varnothing=9\text{ mm}$ ,  $h = 15\text{ mm}$ ) y cuya composición en silicio era 6.5% en peso.

- Proceso de sinterizado.

El cual se realiza en sus fases de calentamiento ( $t = 20-30$  minutos) y mantenimiento ( $t = 4$  horas,  $\theta = 700^\circ\text{C}$ ) bajo atmósfera de hidrógeno puro, llevándose a cabo el enfriamiento, en atmósfera inerte (argon), hasta la temperatura de  $60^\circ\text{C}$  en un tiempo aproximado de 2 a 3 horas.

- Primera fusión.

Dicho proceso, cuyo objeto es la homogeneización del material, se llevó a cabo en un horno de fusión por inducción a alta frecuencia (2.6 MHz) a la temperatura de  $1460^\circ\text{C}$ , produciéndose en el transcurso del mismo un proceso de escorificación.

- Segunda fusión-colada.

En el trabajo previo del autor (26) puede verse un esquema de dispositivo empleado en la fabricación de estos materiales, siendo los parámetros de dicho proceso los siguientes:

- . Diámetro de la rueda : 30 cm.
- . Material de la misma : Cobre
- . Temperatura de colada :  $1.410^\circ\text{C}$
- . Diámetro del orificio de colada: 0.3 mm.

. Distancia orificio de colada-rueda: 0.5 mm.

. Posición relativa del orificio de colada con respecto a la rueda : Vertical.

. Presión del gas vehiculante de la colada (argon) : 0.5 atm.

Obteniéndose de esta forma cintas cristalinas de 5.9% de silicio y con dimensiones 0.75 mm x 33  $\mu$ m.

#### - ETAPA DE TRATAMIENTO TERMICO.

En la figura nº 2 se muestran las distintas etapas del tratamiento térmico bajo vacío, calentamiento ( $p = 5.10^{-5}$  mbars), mantenimiento y enfriamiento ( $p=2.10^{-6}$  mbars), simulativas del ciclo de recocido en continuo a que se somete el material con posterioridad a su proceso de fabricación.

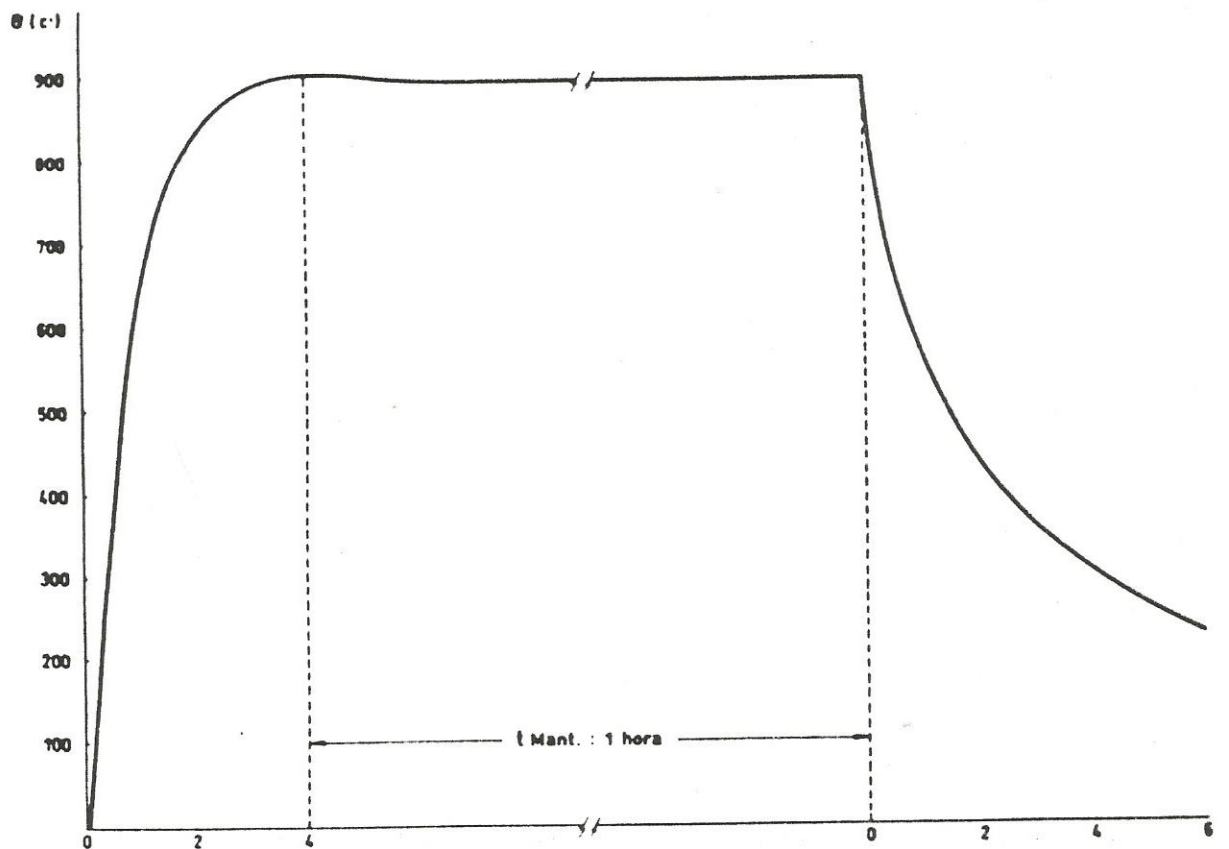


Fig Nº2: ESQUEMA DEL TRATAMIENTO TERMICO SUMINISTRADO AL MATERIAL  $t(\text{minutos})$

#### 4.- ENSAYOS REALIZADOS Y RESULTADOS OBTENIDOS

De conformidad al objetivo del presente trabajo, se procedió a estudiar las características magnéticas, como función de las variables mencionadas en el apartado correspondiente a fundamentos físicos, obtenidas como consecuencia del proceso de fabricación anteriormente citado.

A este fin se determinaron:

- La textura inducida en el material.
- Las características magnéticas.

. Imanación a saturación.

- . Campo coercitivo.
- . Cifra de pérdidas totales.

tanto en estado bruto de colada como con posterioridad al tratamiento térmico final.

Todo ello para una composición química final de 5.9% en silicio y contenidos residuales en impurezas presentes, siendo asimismo el espesor de las cintas constante e igual a  $33\mu\text{m}$ .

#### - TEXTURA INDUCIDA EN EL MATERIAL.

Para la determinación de la textura inducida en el material se empleó la técnica de difracción de rayos X utilizando para ello una radiación de molibdeno filtrada con un monocromador de grafito.

De esta forma se obtuvieron las intensidades, relativas a una textura al azar, de los diversos polos que figuran en la Tabla I.

Tabla I

| Polo | Mat.bruto de colada | Mat.tratado térmicamente |
|------|---------------------|--------------------------|
|      | (I/I azar) área     | (I/I azar) área          |
| 110  | 0.86                | 0.16                     |
| 200  | 2.11                | 2.76                     |
| 112  | 0.65                | 0.16                     |
| 310  | 1.42                | 1.96                     |
| 222  | 0.55                | 0                        |
| 321  | 0.42                | 0.96                     |

El análisis de estos datos muestra que el material en estado bruto de colada presenta ya una cierta textura, con unas densidades en los polos (200) y (222) del orden del doble y mitad respectivamente de aquella que correspondería a un material con textura al azar.

El tratamiento térmico, y consiguiente proceso de recritalización primaria, refuerza esta tendencia. Observándose la eliminación completa de los planos {222}, lo cual es muy beneficioso desde el punto de vista magnético, y el incremento en las densidades asociadas a los polos (200) y (310), siendo por ello la textura dominante en este caso la formada conjuntamente por las orientaciones {200}  $\langle uvw \rangle$  y {310}  $\langle u' v' w' \rangle$ , lo cual es altamente positivo en relación a las características magnéticas finales del material.

#### - ESTUDIO DE LAS CARACTERISTICAS MAGNETICAS.

En trabajos previos de los autores (26, 27) puede verse tanto el esquema como la descripción del equipo empleado en la determinación de las características magnéticas del material.

#### - Imanación a saturación.

El valor correspondiente a la imanación a saturación (structure insensitive property)  $\mu_0 M_s$  es de 1.84 Teslas, valor concordante con los determinados



previamente en aleaciones de la misma composición química, obtenidas tanto de forma convencional (28, 29) como mediante enfriamiento ultrarrápido (30, 31).

- Campo coercitivo.

El material en estado bruto de colada presentaba un valor del campo coercitivo ( $H_c^{50Hz}$ ) de  $198.0 \text{ A.m}^{-1}$ , reduciéndose este valor a  $84.8 \text{ A.m}^{-1}$  una vez tratado térmicamente.

- Cifra de pérdidas totales.

En las figuras nºs 3 y 4 se muestran las curvas de imanación  $\mu_0 M_s - H$  y la cifra de pérdidas totales  $W$  (W/kg) a distintas inducciones para una frecuencia de 50 Hz, tanto para el material en estado bruto de colada como con posterioridad al tratamiento térmico.

## 5.- CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos sobre el material aquí fabricado mediante la técnica de enfriamiento ultrarrápido y en condiciones simulativas a las del futuro proceso industrial de fabricación, en especial en lo que al tratamiento térmico final se refiere, muestran:

- La desaparición de la orientación  $\{111\} \langle u''v''w'' \rangle$  del plano de la chapa.

- El desarrollo de una textura con fuertes componentes en las orientaciones  $\{200\} \langle uvw \rangle$  y  $\{310\} \langle u'v'w' \rangle$ .

En estas condiciones, las características magnéticas obtenidas son superiores al mejor grado de la chapa magnética convencional no orientada (grados H.2 (J.I.S. C 2553) y M.15 (A.I.S.I.)) e incluso a las obtenidas en las nuevas calidades de chapa magnética convencional no orientada pero con textura (32).

Ahora bien, al no haber efectuado el tratamiento térmico final a temperaturas del orden de  $1.100-1200^\circ \text{ C}$  (recristalización terciaria) hace que no se hayan alcanzado los valores obtenidos a nivel de laboratorio con estos tratamientos, en los que se llegan a lograr cifras de pérdidas de 0.30 y 0.75 W/kg. a 50 Hz y 1.0 T y 1.5 T respectivamente (19-25).

Todo lo expuesto, junto a la enorme simplificación del proceso productivo, confirma las expectativas sobre este material a corto y medio plazo en su aplicación como núcleo de máquinas eléctricas de alto rendimiento.

## AGRADECIMIENTO

El presente trabajo se enmarca dentro del proyecto de investigación U.P.V. 057.263-0044/88 y ha sido realizado con apoyo en la infraestructura de investigación U.P.V. 263.15-5E/87 concedida a los autores por la Universidad del País Vasco.



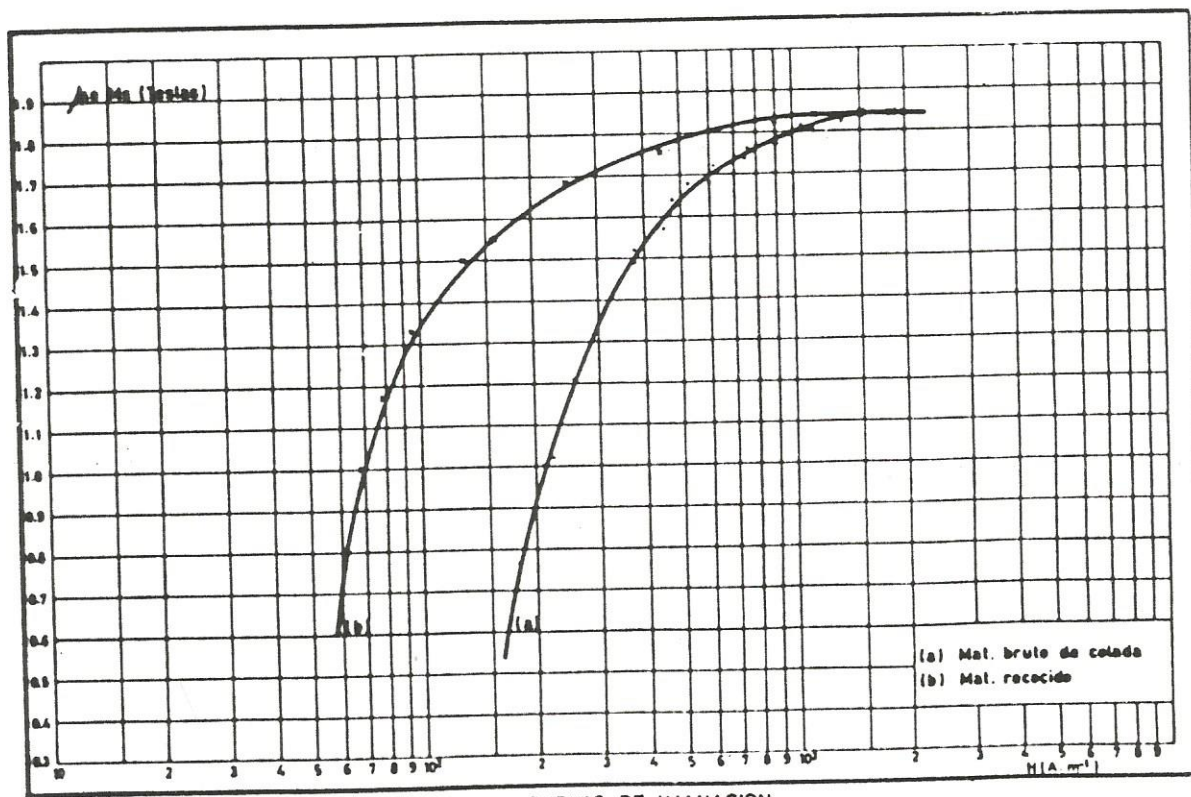


Fig. N°3: CURVAS DE IMANACION

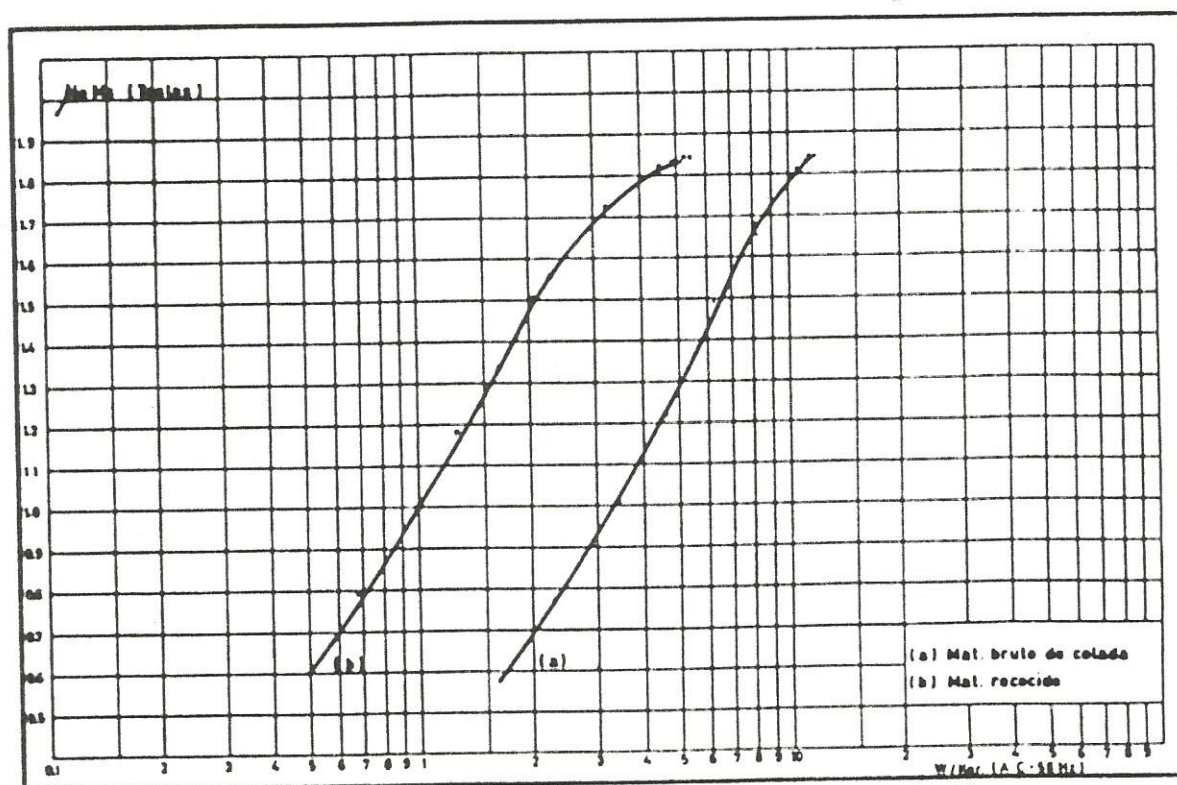


Fig. N°4: CIFRA DE PERDIDAS TOTALES PARA DISTINTAS INDUCCIONES

## REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- 1.- N.Tsuya, K.I.Arai. *Jpn.J.Appl.Phys.*, 18, 1979, 207-208.
- 2.- K.I.Arai, N.Tsuya. *I.E.E.E. Trans.Magn.*, Mag-16, (1), Jan. 1980, 126-129.
- 3.- Y.Yamashiro et al. *I.E.E.E. Trans.Magn.*, Mag-18, (6), Nov.1982, 1421-1423.
- 4.- K.I.Arai et al. *J.Magn.Magn.Mater.*, 31-34, 1983, 1027-1028.
- 5.- M.J.Tenwick, H.A.Davies. *Int.J.Rapid Solidification*, 1, (2), 1984-85, 143-155.
- 6.- F.Kogiku et al. *Proc.Conf.Rapidly Solidified Alloys and Their Mechanical and Magnetic Properties*, Boston, Massachusetts (U.S.A.), 2-4 Dec.1985, 15-18.
- 7.- K.Shibuya, F.Kogiku, M.Ozawa. *Patent: EPO 181090*, EUR, 3 Oct.1985.
- 8.- K.Shibuya et al *Mater Sci Eng*, 98 (1-2), Feb.1988, 25-28.
- 9.- R.M. Bozorth. "Ferromagnetism" D.V.Nostrand C.Inc. Princenton 1951, New Jersey.
- 10.-A.Herpin "Theorie du Magnetisme" Press Universitaires du France 1968, Paris.
- 11.-S.Chikazumi "Physics of Magnetism" R.E.Krieger Pub Comp. 1978, Malabar Florida (U.S.A.).
- 12.-Chih-WenChen "Magnetism and Metallurgy of Soft Magnetic Materials" Dover Pub Inc. 1986, New-York.
- 13.-M.F. Littmann. *I.E.E.E. Trans Magn.*, Mag-7, (1), Mar.1971, 48-60.
- 14.-H.Warlimont, K.Emmerich. *Proc.Conf.Advanced High-Temperature Alloys: Processing and Properties*, Cambridge, Massachusetts (U.S.A.), 16-18 June 1985, 73-84.
- 15.-L.Néel. *Cahiers de Physique*, 25, 1944, 21-42.
- 16.-L.Néel. *Annales Univ.Grenoble*, 22, 1946, 299-343.
- 17.-L.Néel.*Physica* XV, 1-2, Apr.1949, 225-234.
- 18.-H.Shimanaka et al. *J.Magn.Magn. Mater.*, 26, (1-3), Mar 1982, 57-64.
- 19.-T.Miyazaki et al. *J.Magn.Magn.Mater*, 24, 1981, 279-284.
- 20.-T.Kan et al. *J.Magn. Magn. Mater.*, 26, 1982, 127-129.
- 21.-M.J.Tenwick, J.A. Davies. *Proc. 5<sup>th</sup> Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals*, Würzburg (Germany), Sept. 3-7, 1984, 1639-1642.
- 22.-K.I.Arai et al. *I.E.E.E. Trans Magn.*, Mag-18, (6), Nov. 1982, 1418-1420.
- 23.-K.I.Arai, K.Ohmori. *Mt.Trans.A.*, 17 A, Aug.1986, 1295-1299.
- 24.-K.I.Arai et al. *I.E.E.E. Trans.Magn.*, Mag-17, (6), Nov.1981, 3154-3156.



- 25.-K.I.Arai et al. **Trans.Jpn.Inst. Met.**, 25, (12), Dec.1984, 855-862.
- 26.-I.Ibarrondo, J.Gonzalez, **Rev.Metal. Madrid**, 23, (5), 1987, 329-332.
- 27.-M.Vazquez, J.Gonzalez, A.Hernando, **J.Magn.Magn.Mater**, 53, 1986, 323-329.
- 28.-Ref.14, pag.77.
- 29.-Ref.18, pag.51.
- 30.-K.I.Arai et al. **J.Magn. Magn.Mater**, 15-18, 1980, 1425-1426.
- 31.-N.Tsuya et al. **I.E.E.E. Trans.Magn.**, Mag-16, (5), Sept.1980, 728-733.
- 32.-I.Ibarrondo. **Rev.Metal.Madrid**. 21, (6), 1985, 366-376.

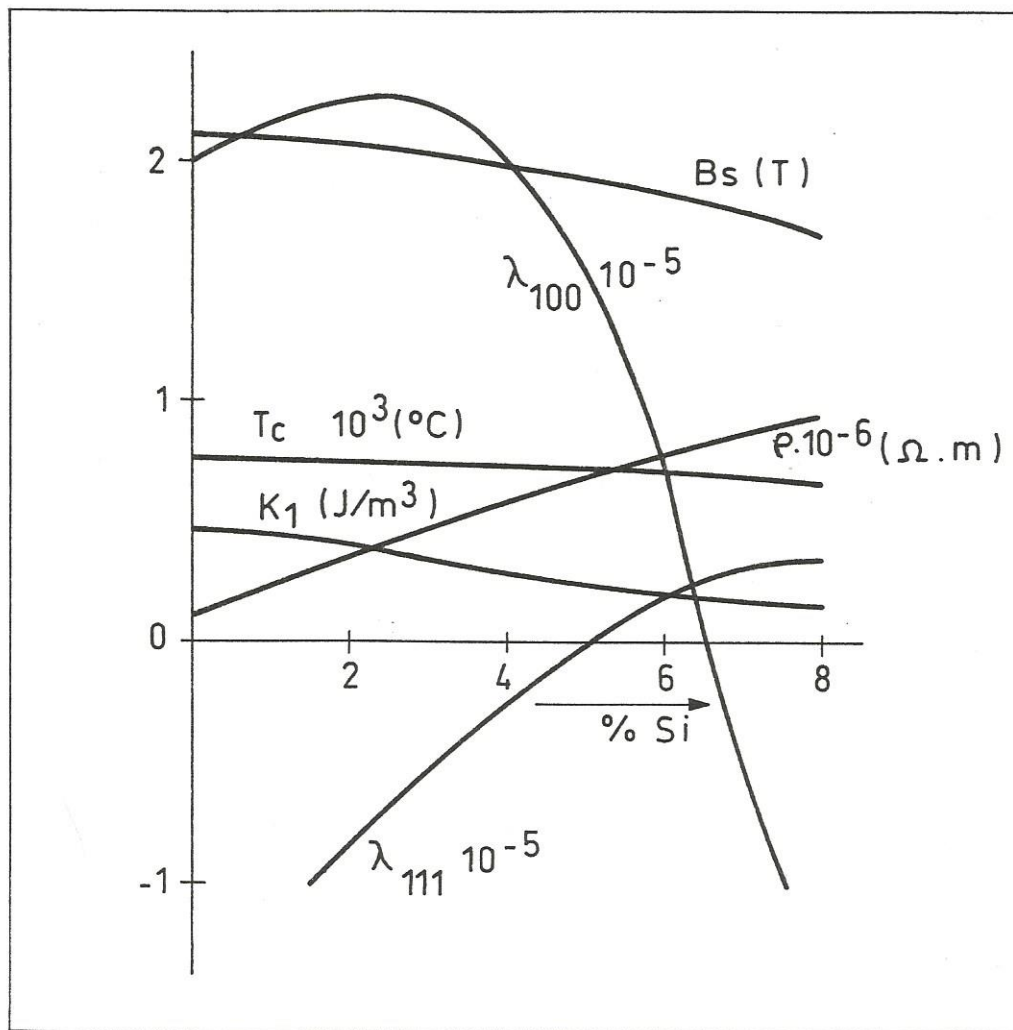


Fig. N°1 : EFECTO DE LA ADICION DE SILICIO  
SOBRE DIVERSOS PARAMETROS MAGNETICOS



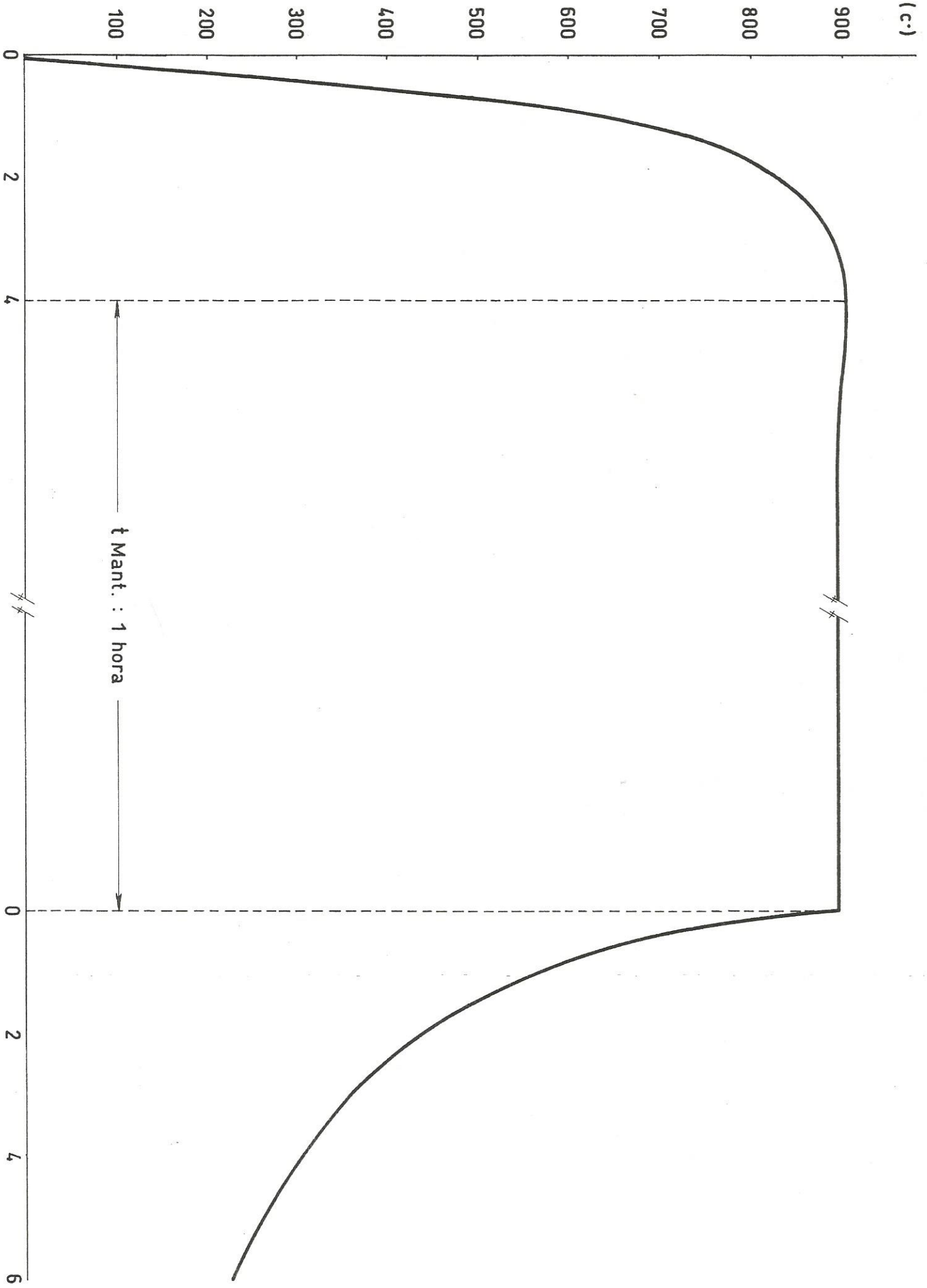


Fig. Nº 2 : ESQUEMA DEL TRATAMIENTO TERMICO SUMINISTRADO AL MATERIAL  $t$  (minutos)

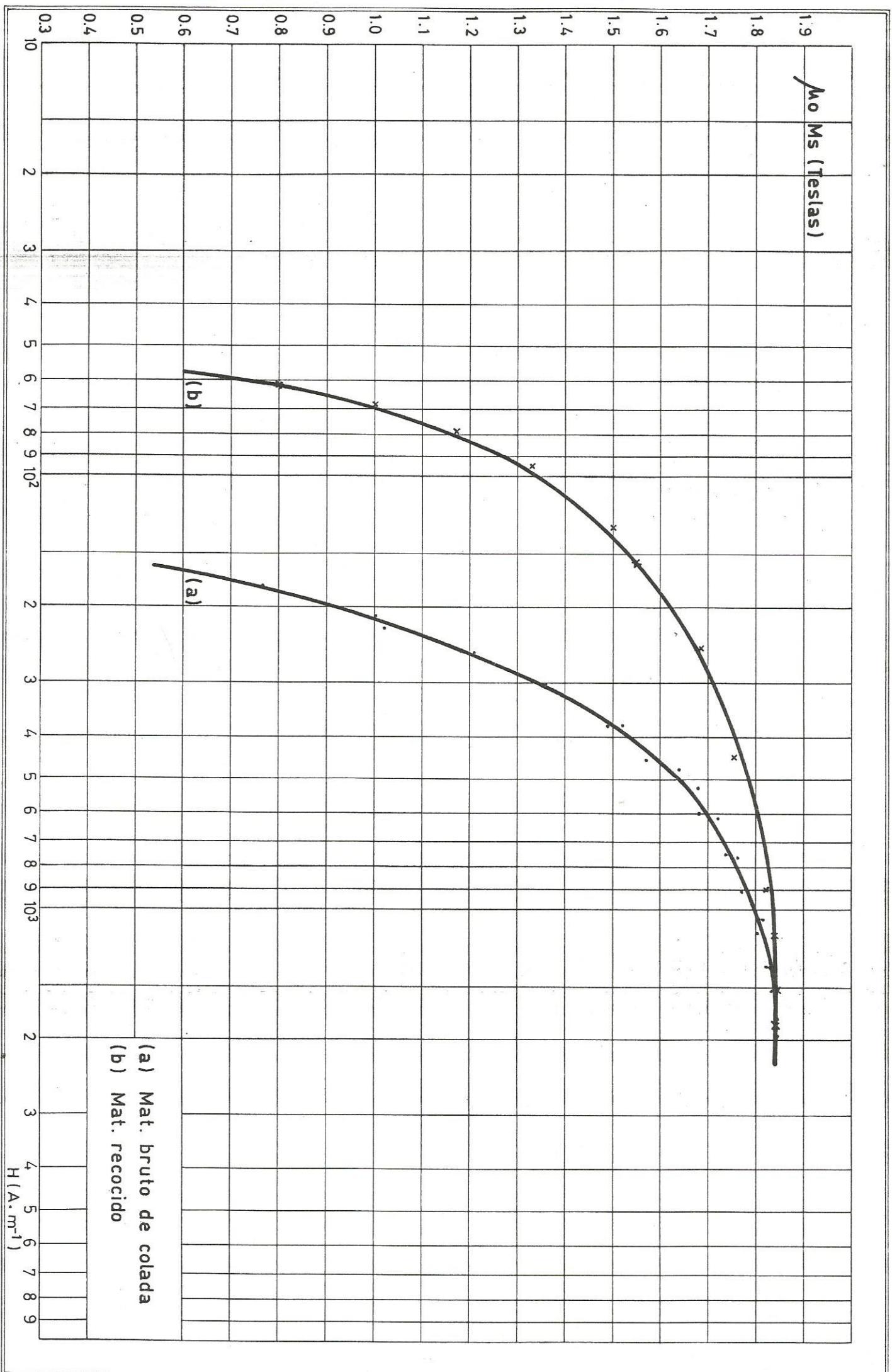


Fig. Nº3: CURVAS DE IMANACION

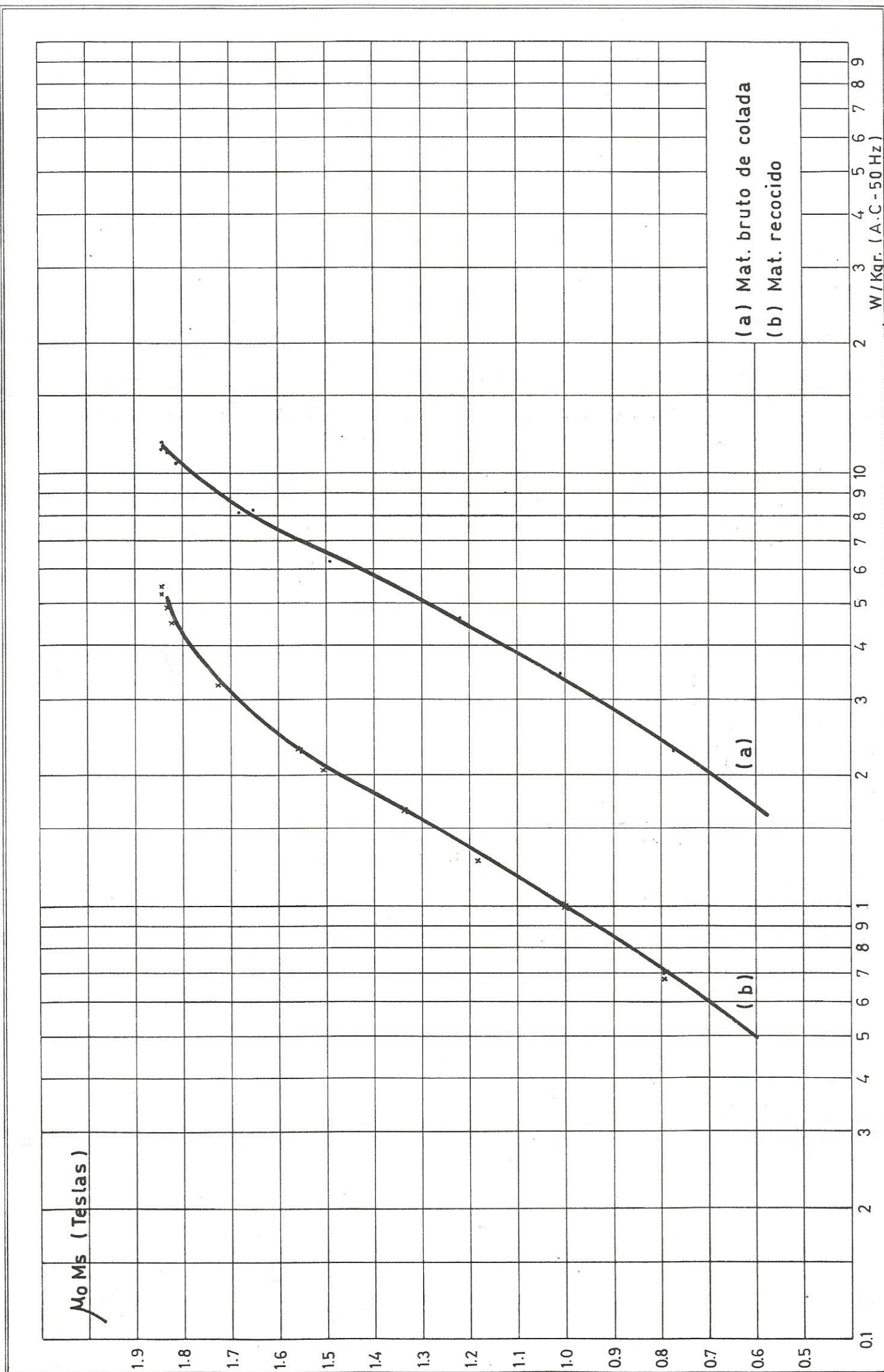
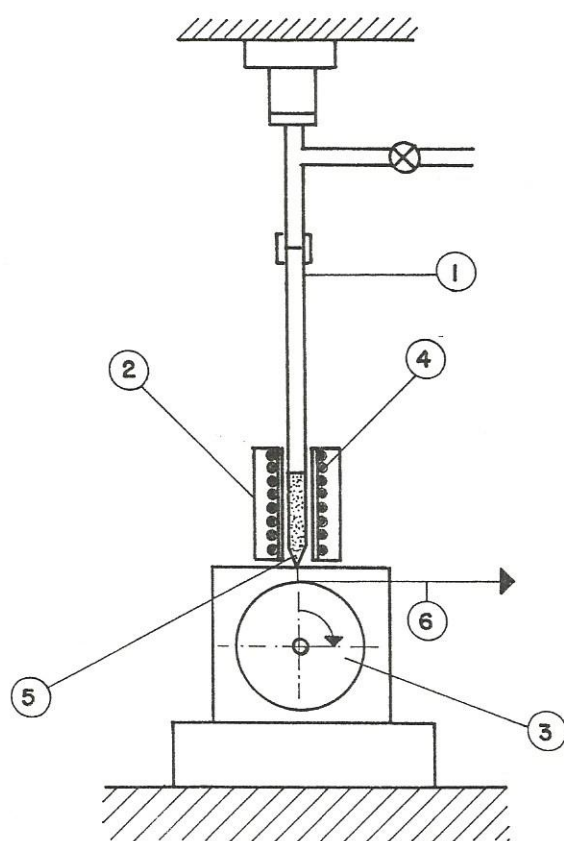


Fig. N°4 : CIFRA DE PERDIDAS TOTALES PARA DISTINTAS INDUCCIONES





- ① TUBO RECIPIENTE
- ② HORNO DE FUSION
- ③ DISCO GIRATORIO
- ④ ALEACION FUNDIDA
- ⑤ ORIFICIO DE PROYECCION
- ⑥ CINTA SOLIDIFICADA

Fig. Nº 1 : EQUIPO DE TEMPLE ULTRARRAPIDO PARA LA FABRICACION  
DE LOS NUEVOS MATERIALES.

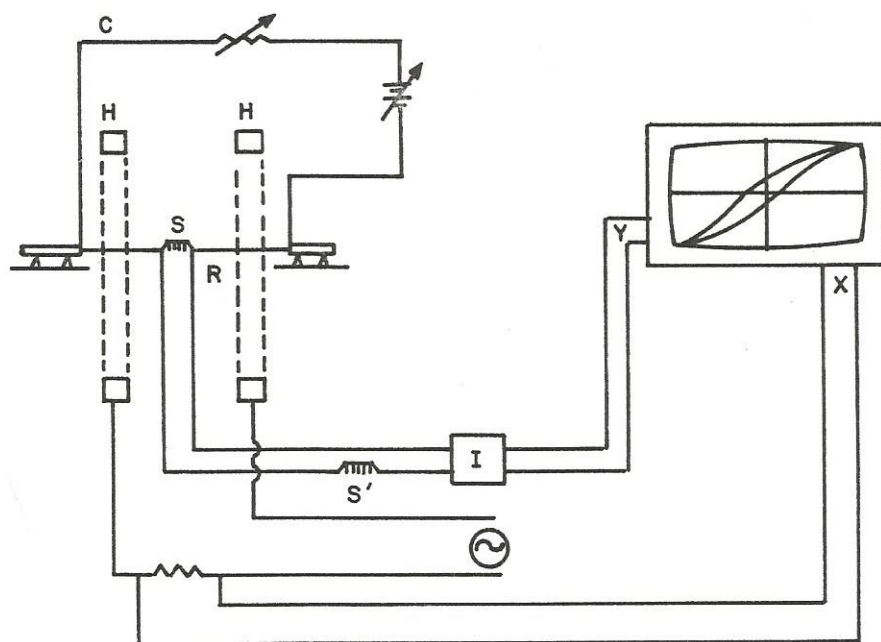


Fig N°2 : REPRESENTACION ESQUEMATICA DEL DISPOSITIVO

EXPERIMENTAL H : CARRETES DE HELMHOLTZ

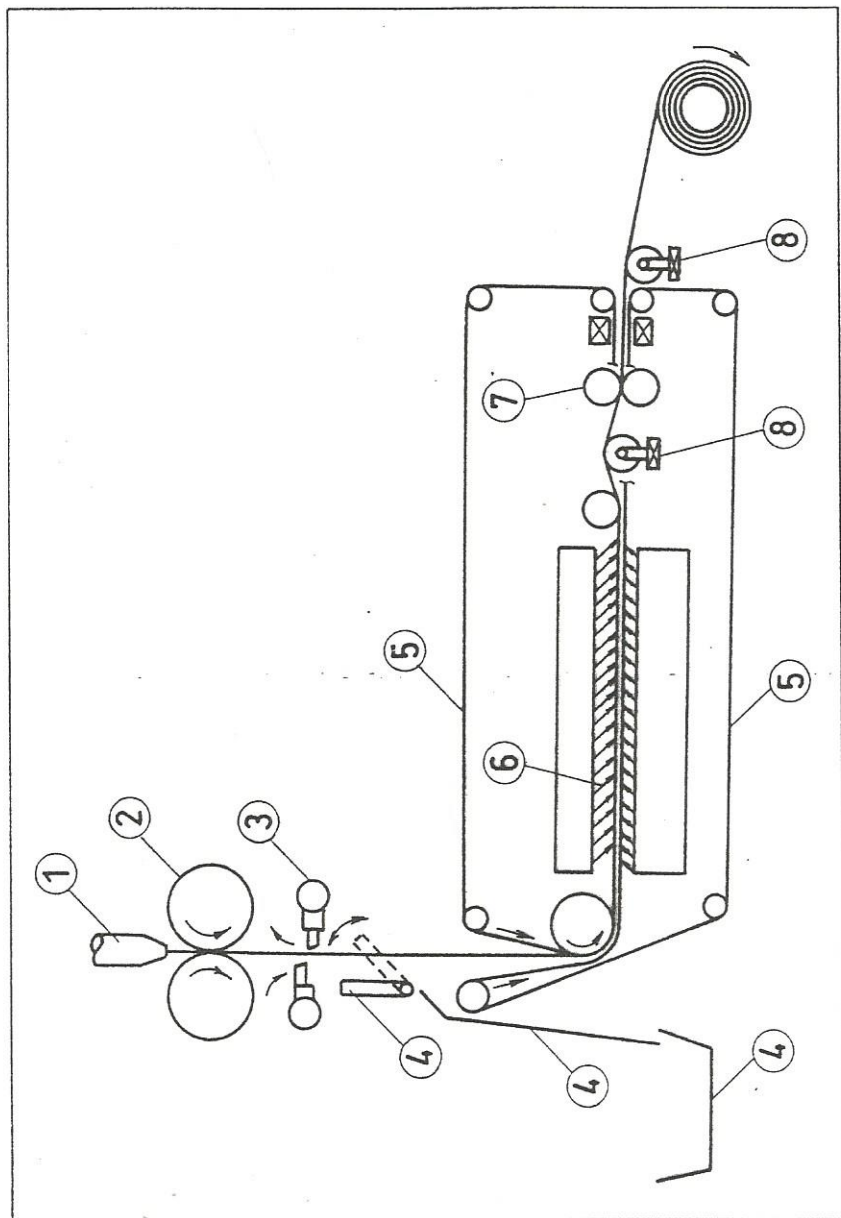
S : SECUNDARIO

S' : BOBINA DE COMPENSACION

I : INTEGRADOR

R : CINTA

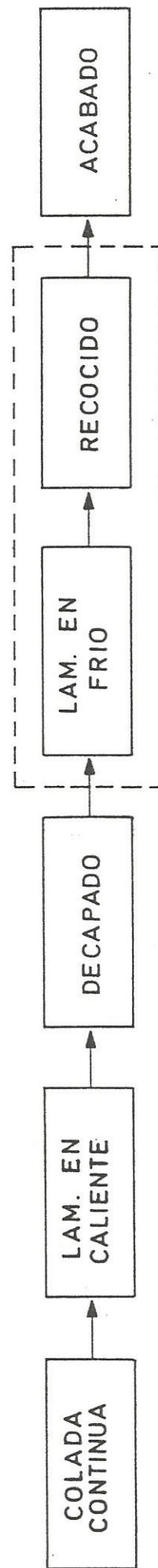
C : CIRCUITO DE CALENTAMIENTO POR CORRIENTE  
ELECTRICA



- ① DISPOSITIVO DE COLADA
- ② ENFRIAMIENTO ULTRARRAPIDO
- ③ CIZALLAS
- ④ ELIMINACION MAT. REG. TRANS.
- ⑤ CONDUCCION - GUIADO BANDA
- ⑥ REFRIGERACION POR CONVECCION FORZADA
- ⑦ RODILLOS TRACTORES
- ⑧ DISPOSITIVO DE MEDIDA TENSION EN BANDA



(A) ESQUEMA DE FABRICACION DE CHAPAS MAGNETICAS MEDIANTE ENFRIAMIENTO ULTRARRAPIDO  
( Patente E.P.O 181090 , 1.985 , KAWASAKI Steel Corp. )



(B) ESQUEMA DE FABRICACION DE CHAPAS MAGNETICAS PROCESO CONVENCIONAL



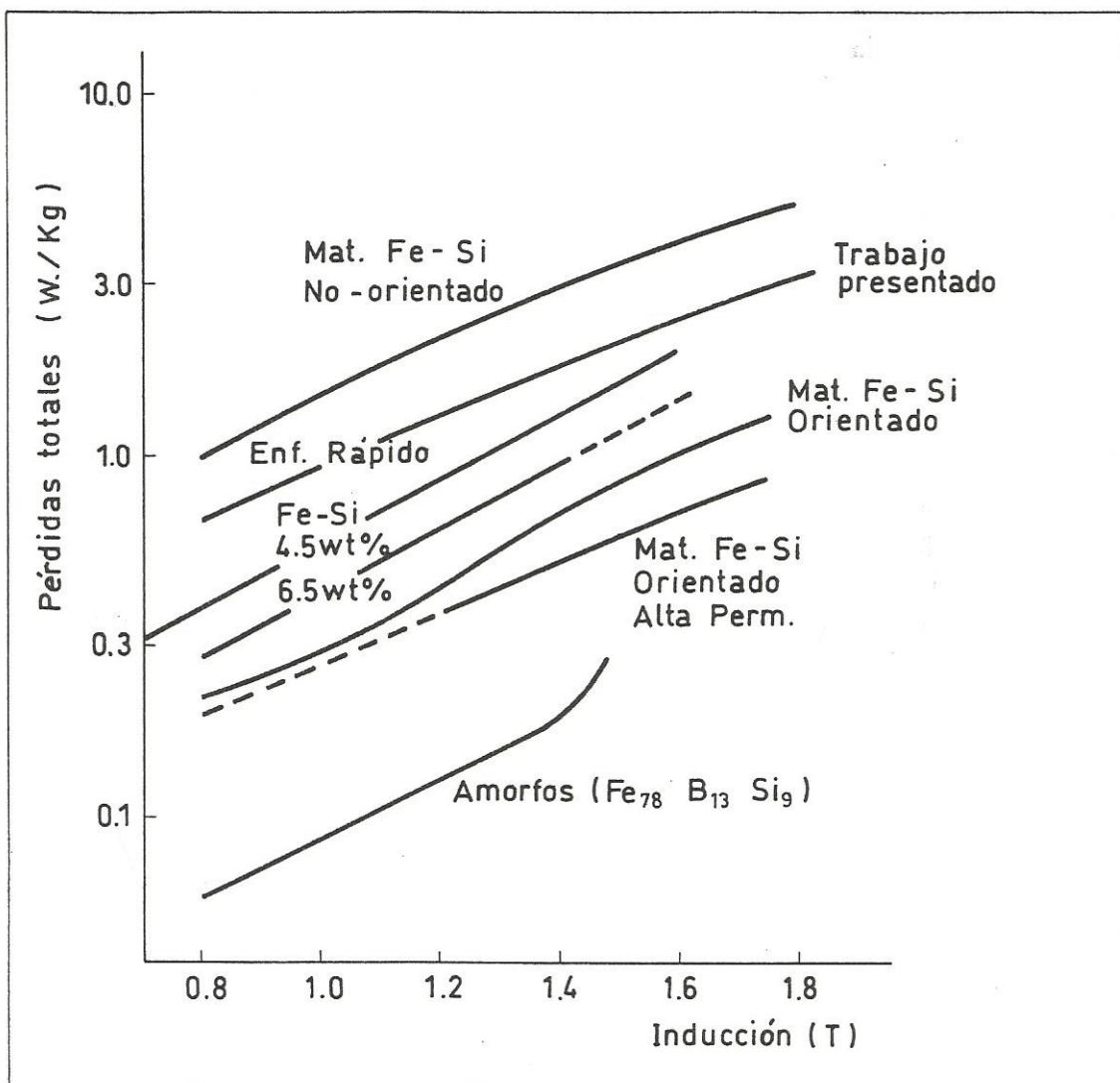


Fig. N° : ESTUDIO COMPARATIVO DE LA CIFRA DE PERDIDAS SEGUN LAS DISTINTAS CALIDADES DE CHAPA MAGNETICA