

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 664 326**

51 Int. Cl.:

**C21D 8/12** (2006.01)  
**C22C 38/00** (2006.01)  
**C22C 38/02** (2006.01)  
**C22C 38/04** (2006.01)  
**C22C 38/16** (2006.01)  
**C21D 9/46** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.07.2013 PCT/IB2013/001657**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.02.2014 WO14020406**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.07.2013 E 13773324 (2)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.01.2018 EP 2880190**

54 Título: **Procedimiento de producción de chapa de acero al silicio de grano orientado, chapa de acero eléctrico de grano orientado y uso de las mismas**

30 Prioridad:

**31.07.2012 WO PCT/IB2012/001475**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**19.04.2018**

73 Titular/es:

**ARCELORMITTAL (100.0%)**  
**24-26 Boulevard d'Avranches**  
**1160 Luxembourg, LU**

72 Inventor/es:

**GABOR, BAN y**  
**VAN DE PUTTE, TOM**

74 Agente/Representante:

**SALVA FERRER, Joan**

ES 2 664 326 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento de producción de chapa de acero al silicio de grano orientado, chapa de acero eléctrico de grano orientado y uso de las mismas

5

**[0001]** La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de aceros eléctricos de grano orientado de Fe-Si con propiedades magnéticas. Tal material se usa, por ejemplo, en la fabricación de transformadores.

10 **[0002]** Impartir propiedades magnéticas a acero de grano orientado de Fe-Si es la fuente más económica de inducción magnética. Desde un punto de vista de la composición química, añadir silicio al hierro es un modo muy común de aumentar la resistividad eléctrica, mejorándose por tanto las propiedades magnéticas, y reduciéndose al mismo tiempo las pérdidas de potencia totales. Dos familias coexisten en la actualidad para la construcción de aceros para equipos eléctricos: aceros de grano orientado y de grano no orientado.

15

**[0003]** La llamada textura de Goss {110} <001> transfiere propiedades magnéticas notables al acero de grano orientado cuando el plano cristalográfico {110} es, idealmente, paralelo al plano de laminación y la dirección cristalográfica <001> es, idealmente, paralela a la dirección de laminación. Ésta última dirección de laminación corresponde a la dirección de la fácil magnetización.

20

**[0004]** Los granos ferríticos que constituyen la matriz de los aceros de grano orientado de Fe-Si y tienen orientaciones cristalográficas próximas al {110} <001> ideal normalmente se llaman granos de Goss.

**[0005]** Las siguientes propiedades se usan para evaluar la eficiencia de los aceros eléctricos en materia de las propiedades magnéticas:

25

- La inducción magnética, expresada en teslas, que se llamará J800 en este documento como referencia a su medición en un campo magnético aplicado de 800 A/m. Tal valor indica lo próximos que están los granos a la textura de Goss, cuanto más mejor.

30 • La pérdida de potencia en el núcleo, expresada en W/kg, medida en una inducción magnética específica expresada en teslas (T) y velocidad de trabajo en hercios. Cuanto menos sean las pérdidas totales, mejor.

**[0006]** Bastantes parámetros metalúrgicos pueden influir en las propiedades mencionadas anteriormente y los más comunes son: la textura del material, el tamaño de los granos ferríticos, el tamaño y distribución de los precipitados, el espesor del material, el recubrimiento aislante y un tratamiento térmico superficial final. De ahora en adelante, el procesamiento termo-mecánico desde la colada hasta un tratamiento térmico superficial final es esencial para alcanzar las especificaciones fijadas como objetivo.

35

**[0007]** Por un lado, con respecto a las chapas con una alta densidad de flujo magnético, el documento EP-2-077-164 describe un procedimiento de producción de grados de silicio de grano orientado con  $B_{10} \geq 1,90$  T que usa C: del 0,010 al 0,075 %, Si: del 2,95 al 4,0 %, Al soluble en ácido: del 0,010 al 0,040 %, N: del 0,0010 al 0,0150 % y uno o ambos de S y Se en el 0,005 al 0,1 %, siendo el balance Fe y las impurezas inevitables. La barra producida después de la colada tiene un espesor que oscila entre 20 y 70 mm. Uno de los siguientes elementos se puede añadir a la composición química dada anteriormente: Sb: del 0,005 al 0,2 %, Nb: del 0,005 al 0,2 %, Mo: del 0,003 al 0,1 %, Cu: del 0,02 al 0,2 %, y Sn: del 0,02 al 0,3 %. La temperatura mínima permitida antes de la laminación en caliente es de 1200 °C. Tal ruta de procesamiento consume bastante energía ya que mantener una barra por encima de 1200 °C o incluso de 1250 °C después de la colada requeriría más energía incluso si la barra se lamina en caliente inmediatamente.

45

50 **[0008]** Por otro lado, el documento US-2009/0301157 se refiere a un procedimiento y un sistema para la producción de acero aleado con silicio en tiras laminadas en caliente para el procesamiento adicional en chapas de grano orientado. La placa que es colada tiene un espesor máximo de 120 mm. La invención necesita una temperatura de admisión del producto colado hacia la línea de laminación en caliente de al menos 1200 °C, y preferentemente de más de 1250 °C. No se describe ninguna composición química ya que la invención se refiere a un procedimiento y un sistema destinados a ser multifuncionales. El recalentamiento de la placa, como se mencionó anteriormente es un paso importante y aquí es doble: Tiene lugar una primera etapa de precalentamiento y está seguida de una etapa de calentamiento intensivo. Tal ruta de procesamiento consume bastante energía ya que el producto colado se recalentará en la etapa de calentamiento intensivo a la que se hace referencia como el número 6 en el gráfico de la disposición del sistema en el documento.

55

**[0009]** Asimismo, el documento WO98/46802 describe un procedimiento de fabricación de chapas de grano orientado que usa la placa delgada de menos de 100 mm teniendo la composición 50-350 ppm de C; 2,5-4,0 de Si; 0,03-0,10 de Mn; 50-220 ppm de S; 0,1-0,4 de Cu;  $P < 0,1$ ; 0,05-0,20 de Sn; 30-100 ppm de Al;  $N < 60$  ppm, siendo lo restante hierro e impurezas menores, después la placa delgada se lamina en caliente en tiras laminadas en caliente después de eso las tiras laminadas en caliente se recuecen antes de la laminación en frío. La laminación en frío se hace en al menos dos pasos. Después la chapa de acero laminada en frío se somete al recocido de descarburación. Tal ruta de procesamiento consume bastante energía ya que las tiras laminadas en caliente se recuecen antes de la laminación en frío como se menciona en la reivindicación 1.

**[0010]** En otra solicitud de patente US2010/300583, se describe un proceso para la producción de tira magnética de grano orientado en el que acero colado de manera continua se lamina en caliente directamente sin ser recalentado antes de la laminación en caliente, la laminación en caliente se hace en dos pasos con un recocido de normalización intermedio en medio. Después de eso el acero laminado en caliente se somete a un recocido opcional antes de la laminación en frío. La laminación en frío se realiza para obtener la chapa de acero laminada en Frío después se recuece. La tira laminada en frío recocida se puede someter a nitruración. La ruta de producción mencionada en el documento US2010/300583 es de elevado consumo energético ya que sólo realiza dos recocidos en acero laminado en caliente y también tiene una nitruración opcional como se menciona en la Reivindicación 1.

**[0011]** En otra solicitud de patente EP-0709470A1 un procedimiento de producción de una chapa de acero electromagnética direccional a partir de una placa de acero que tiene una composición del 0,035 - 0,050 % de C, del 2,9 - 3,3 % de Si, menos del 0,015 % de P, del 0,011 - 0,017 % de Al soluble, del 0,0080-0,012 % de N, menos del 0,007 % de S, del 0,06 - 0,18 % de Ni y/o Cr, menos del 0,32 % de Mn, menos del 0,6 % de Cu, y un balance de Fe y otras impurezas inevitables y calentar la placa de acero a una temperatura de 1250 - 1320 °C, y llevar a cabo una laminación en caliente y después de eso realizar dos etapas de laminación en frío a un espesor final, incluyendo un recocido de descarburación entre las dos etapas de dicha laminación en frío. Recubrir además la chapa de acero laminada en frío con un separador de recocido que contiene MgO como su ingrediente principal; y llevar a cabo un recocido de acabado. En el documento EP0709470A1 la temperatura de recalentamiento de la placa es elevada y puede consumir una cantidad elevada de energía.

**[0012]** La presente invención está dirigida a proporcionar un procedimiento de producción de chapa de acero de Fe-Si laminada en caliente que comprende los pasos sucesivos que consisten en:

- fundir una composición de acero que contiene un porcentaje en peso de:

$$2,8 \leq Si \leq 4$$

$$0,4 \leq Cu \leq 0,6,$$

$$0,05 \leq Mn \leq 0,4,$$

$$0,001 \leq Al \leq 0,04,$$

$$0,025 \leq C \leq 0,05$$

$$0,005 \leq N \leq 0,02,$$

$$0,005 \leq Sn \leq 0,03$$

$$S < 0,015$$

Y opcionalmente Ti, Nb, V o B en una cantidad acumulada menor a 0,02, respetándose las siguientes relaciones:

$$Mn-Sn \leq 40,$$

$$2,0 \leq C-N \leq 5,0$$

$$Al-N \geq 1,20$$

y siendo el balance Fe y otras impurezas inevitables

- colar de manera continua dicho acero para obtener una placa cuyo espesor no sea mayor de 80 milímetros, de manera que, después de la solidificación, la superficie de dicha placa no se enfríe por debajo de 850 °C durante más de 5 minutos,
- el recalentamiento de dicha placa hasta una temperatura de entre 1080 °C y 1250 °C durante 20 minutos al menos.
- posteriormente, laminar en caliente dicha placa con una primera reducción de espesor que tiene lugar mientras la temperatura de dicha placa está por encima de 1060 °C y una última reducción de espesor que tiene lugar por encima de una temperatura de laminación de acabado de 950 °C con el fin de obtener una banda caliente,
- enfriar dicha banda a una temperatura que oscila entre 500 °C y 600 °C en menos de 10 segundos, después
- bobinar la banda caliente después,
- limpiar su superficie,
- llevar a cabo un primer paso de laminación en frío de la banda caliente con una relación de laminación en frío de al menos el 60 % sin haber recocido previamente dicha banda caliente, después
- realizar un paso de recocido de recristalización primario a una temperatura  $T_1$  de entre 780 °C y 920 °C, manteniéndose el acero a  $T_1$  durante un tiempo mínimo  $t_1$  de 2 minutos en una atmósfera compuesta de una mezcla de hidrógeno, nitrógeno y vapor de agua, después enfriar a temperatura ambiente de modo que se obtenga un contenido de carbono del acero por debajo del 0,004 % y un promedio de tamaño de grano primario por debajo de 16 micrómetros después del enfriamiento,
- llevar a cabo un segundo paso de laminación en frío con una relación de laminación en frío de al menos el 50 % para obtener el espesor final de la chapa de acero laminada en frío,
- depositar una capa de un separador aislante en la superficie de dicha chapa de acero laminada en frío,
- la chapa de acero laminada en frío aislada pasa por un recocido secundario en una atmósfera que contiene hidrógeno y nitrógeno, estando la velocidad de calentamiento del acero V1 por debajo de 15 °C por hora entre 600 °C y 1150 °C, manteniéndose la temperatura de la chapa a una temperatura mínima  $T_2$  de 1150 °C durante un tiempo mínimo  $t_2$  de 600 minutos, siendo el tiempo total del recocido superior a 120 horas de modo que se reduzca el contenido para cada uno del azufre y el nitrógeno a por debajo del 0,001 % y para tener un promedio de tamaño de grano secundario por debajo de 15 milímetros,
- realizar un enfriamiento lento a temperatura ambiente.

**[0013]** El contenido de cobre es de entre el 0,4 % y el 0,6 %.

**[0014]** Preferentemente, el contenido de azufre es inferior al 0,010 %.

**[0015]** En una realización preferida, el contenido de carbono del acero es de entre el 0,025 % y el 0,032 %.

**[0016]** Preferentemente, dicha placa es colada con una velocidad mínima de 4,0 metros por minuto.

**[0017]** El recalentamiento de dicha placa tiene lugar en un intervalo de temperatura de entre 1080 °C y 1200 °C y dicha Temperatura de Laminación de Acabado es de al menos 980 °C.

**[0018]** La estructura de precipitados formada después de los pasos de la laminación en caliente, el enfriamiento rápido y el bobinado lleva a la precipitación de menos del 60 % del  $Al_{sa}$  (Al soluble en ácido), dicha estructura de precipitados no contiene ningún precipitado de AlN en el intervalo de tamaño de entre 5 nm y 150 nm.

**[0019]** Preferentemente, la chapa de acero de grano orientado se recubre con recubrimiento de aislamiento y de tensión a base de una emulsión de sílice coloidal.

**[0020]** Preferentemente, después del recocido primario, el contenido de carbono del acero está por debajo del 0,0025 %.

**[0021]** En una realización preferida, después del recocido primario, el promedio de tamaño de grano primario está por debajo de 10 micrómetros.

**[0022]** En otra realización preferida, después del recocido secundario, el promedio de tamaño de grano secundario está por debajo de 10 milímetros.

**[0023]** En una realización preferida, la chapa de acero de grano orientado obtenida mediante el

procedimiento según la invención presenta un valor de inducción a 800 A/m por encima de 1,870 teslas y una pérdida de potencia en el núcleo inferior a 1,3 W/kg a una inducción magnética específica de 1,7 teslas (T).

**[0024]** Una parte hecha de una chapa de acero de grano orientado según la invención se puede usar para obtener un transformador de potencia.

**[0025]** Con el fin de alcanzar las propiedades deseadas, el acero según la invención incluye los siguientes elementos.

**[0026]** En primer lugar, contiene silicio entre el 2,8 y el 4 % de modo que se obtenga la textura de Goss y j se aumente la resistividad eléctrica del acero. Si el contenido es inferior al 2,8 %, no se alcanzarán las propiedades magnéticas elevadas del acero de grano orientado y el valor de pérdida de potencia en el núcleo bajo. Por otro lado, si la adición de silicio pasa del 4 %, la sensibilidad al agrietamiento durante la laminación en frío alcanza un nivel inaceptable.

**[0027]** El contenido de azufre es estrictamente inferior al 0,015 % (150 ppm) de modo que se eviten las segregaciones cerca de la línea central de la placa colada. Estas segregaciones dañan la homogeneidad de la microestructura laminada en caliente producida y la distribución de los precipitados. Con el fin de homogeneizar la concentración de azufre por el espesor de la placa, la temperatura de recalentamiento de la placa se debería elevar y la placa se debería mantener a temperatura elevada durante un tiempo más largo, alterándose la productividad y aumentándose los costes de producción. Además, si el contenido de azufre está por encima de 150 ppm, la etapa de purificación durante el Recocido a Alta Temperatura (HTA, por sus siglas en inglés), en la que elementos perjudiciales como S, N y similares se eliminan por la interacción con una atmósfera seca que contiene más del 75 % de hidrógeno, pasará a ser muy larga, alterándose la calidad, la productividad y aumentándose los costes. En efecto, esta etapa de purificación larga es costosa y degrada la calidad de la película de cristal. Para disminuir los riesgos de apariencia de todos estos defectos, preferentemente, el contenido de azufre es inferior a 100 ppm. De hecho, durante el mantenimiento, la concentración de hidrógeno en la atmósfera debería estar por encima del 75 % con el fin de garantizarse la purificación de metal necesaria al eliminarse el nitrógeno y el azufre que se disuelven en el acero. Esto sucede por la interacción con la atmósfera de hidrógeno, hasta un nivel en el que la concentración de nitrógeno total y de azufre total en el acero está preferentemente por debajo de 100 ppm.

**[0028]** El contenido de cobre es de entre el 0,4 y el 0,6 %. Durante el recocido, el cobre se precipita para producir precipitados nanométricos que pueden actuar como núcleos para la precipitación adicional de AlN. Se conoce que el cobre disminuye la polarización de saturación del metal y como resultado el J800 objetivo de 1,870 T pasa a ser inalcanzable para contenidos de cobre por encima del 0,6 %.

**[0029]** La concentración de manganeso debería ser mayor del 0,05 % para evitar el agrietamiento durante la etapa de laminación en caliente. Mn adicional se añade para controlar la recristalización. Las concentraciones de Mn que superan el 0,4 % aumentan el coste de la aleación innecesariamente y disminuyen la magnetización de saturación, que lleva a un valor J800 por debajo del objetivo. Se añade manganeso al acero en un contenido de entre el 0,05 y el 0,4 %. Este elemento se precipita con Azufre para producir precipitados de MnS que también pueden actuar como núcleos para la precipitación adicional de AlN. La cantidad mínima de Mn es por lo tanto del 0,05 %.

**[0030]** El estaño (Sn) es un elemento de segregación de borde de grano que se puede añadir para controlar el tamaño de los granos de la estructura recristalizada primaria y secundaria. La concentración de Sn debería ser de al menos el 0,005 % para ser efectiva para evitar un crecimiento excesivo de los granos durante el recocido a alta temperatura y por tanto disminuir las pérdidas magnéticas. Cuando la concentración de Sn supera el 0,03 %, la recristalización pasa a ser irregular. El contenido de Sn debería limitarse por lo tanto a un valor máximo del 0,03 %. El contenido de estaño es de entre el 0,010 % y el 0,022 % en una realización preferida de modo que sirvan como elementos de segregación de los bordes de los granos que reduzcan la movilidad de los bordes de los granos. El crecimiento de los granos por lo tanto se dificultaría. El estaño se puede reemplazar por molibdeno o antimonio.

**[0031]** La relación de manganeso-estaño (Mn-Sn) será menor o igual a 40 de modo que se controle la distribución del tamaño de los granos a través de la recristalización, en una realización preferida: Mn-Sn ≤ 20. El promedio de tamaño de grano primario objetivo está por debajo de 16 micrómetros, preferentemente por debajo de 10 micrómetros.

**[0032]** Se añade aluminio en el acero en el intervalo del 0,001 al 0,04 % de modo que se precipite con

nitrógeno, formando AlN como un inhibidor del crecimiento de los granos durante la recristalización secundaria. La cantidad de Al se refiere al aluminio soluble en ácido que es la cantidad de aluminio no unido con oxígeno. Con el fin de tener la cantidad adecuada de AlN, el aluminio debe estar por debajo del 0,04 % puesto que si está por encima el control de la cinética de la precipitación pasa a ser cada vez más difícil. El contenido de Al debe estar por encima del 0,001 % para tener suficiente AlN.

**[0033]** El nitrógeno debe estar en el intervalo del 0,005 al 0,02 % de modo que se formen suficientes precipitados de AlN. El contenido de nitrógeno no puede pasar del 0,02 % debido a la formación no deseada de ferronitruros o carbonitruros, por debajo del 0,005 % la cantidad de AlN es demasiado baja.

10 La relación de peso de aluminio-nitrógeno será mayor o igual a 1,20 ( $Al-N \geq 1,20$ ), para tener una relación atómica favorable de Al y N para la cinética de la precipitación y cantidad de AlN. La baja cantidad de nitrógeno en comparación con el aluminio lleva a la formación de precipitados más finos que son útiles para su papel de inhibición. Preferentemente, la relación de Al-N es como se indica a continuación:  $Al-N \geq 1,5$ .

15 **[0034]** En la presente invención menos del 60 % del aluminio soluble en ácido en la banda caliente está en la forma precipitada como AlN, cuya estructura de precipitados no contiene ningún precipitado de AlN en el intervalo de tamaño de 5 nm y 150 nm.

**[0035]** Con respecto al contenido de carbono, se ha verificado que, en el paso de la laminación en caliente, la concentración de C afecta de forma significativa a la microestructura de la banda caliente y a la textura cristalográfica a través del control sobre la cantidad de austenita durante la laminación en caliente. La concentración de carbono también afecta a la formación de inhibidores ya que impide la precipitación temprana y gruesa de AlN durante la laminación en caliente. El contenido de C debería estar por encima del 0,025 % para formar suficiente austenita para mantener los precipitados en solución y para controlar la microestructura y textura de la banda caliente. Existe un límite de 0,05 para no tener un paso de descarburación demasiado largo, lo cual sería una desventaja económica ya que ralentiza la productividad. Preferentemente, el contenido de carbono es de entre el 0,025 % y el 0,032 % cuyo intervalo de concentración se ha probado que produce los valores J800 más altos en el producto final.

30 **[0036]** La relación de carbono-nitrógeno será de entre 2 y 5 ( $2 \leq C-N \leq 5$ ) para garantizar que el valor J800 está por encima de 1,870 T. Si la relación de C-N es menor de 2, el contenido de austenita durante la laminación en caliente será insuficiente. El nitrógeno que es más soluble en austenita que en ferrita se difundirá en austenita y no se distribuirá finalmente de manera uniforme en la microestructura laminada en caliente, dificultándose una precipitación eficiente con aluminio. Por otro lado, si la relación de C-N pasa de 5 el proceso de descarburación podría ser largo y difícil en caso de una formación elevada de C o AlN insuficiente si el contenido de nitrógeno es demasiado bajo. Preferentemente, la relación de C-N es:  $3 \leq C-N \leq 5$ .

**[0037]** Los microelementos de aleación como titanio, niobio, vanadio y boro son limitados y la suma de estos microelementos de aleación no supera el 0,02 %. De hecho, estos elementos son formadores de nitruro que consumen el nitrógeno necesario para formar inhibidores de nitruro de aluminio como se mencionó anteriormente, por tanto su contenido será acorde a los niveles de impureza.

**[0038]** Otras impurezas son: As, Pb, Zn, Zr, Ca, O, P, Cr, Ni, Co, Sb, B, y Zn.

45 **[0039]** El proceso según la invención acorta el flujo de trabajo de la producción desde el acero en fase líquida hasta la chapa de acero laminada en frío acabada. El proceso de producción completo tiene lugar de manera continua y el intervalo de espesor que se puede conseguir de la placa es de entre 1 mm y 80 mm.

**[0040]** El proceso según la invención proporciona una banda caliente de excelente calidad como un material primario, en términos de estabilidad de la microestructura, la textura y los precipitados por la longitud y la anchura de la bobina laminada en caliente. Asimismo se evita el tratamiento de recocido de la banda caliente debido a la excelente calidad de la banda caliente.

**[0041]** En efecto, el proceso según la invención da como resultado espesores de placa hasta cinco veces menores que las placas convencionales. El espesor de placa máximo es de 80 mm.

**[0042]** Es esencial evitar que la temperatura de la superficie de la placa baje de 850 °C durante más de 5 minutos de modo que se evite la precipitación prematura de AlN. Tal precipitación dificultaría la capacidad del papel de inhibición de AlN puesto que se harán más gruesos a través del proceso y serán inservibles por la ruta

metalúrgica durante la producción. En tal caso sería necesario otro tratamiento térmico para disolver los precipitados y devolver los elementos de precipitación como el nitrógeno, por ejemplo, a la solución. Esta operación requeriría una alta temperatura y tiempos de mantenimiento largos para la homogeneización, alterándose la productividad y aumentándose el coste de producción. Para conseguir esto, una solución es seleccionar una velocidad de colada mínima de 4 metros por minuto. También es una característica importante de la invención permitir el recalentamiento de la placa - por debajo de 1200 °C, ésta es una característica importante de reducción de costes para la invención.

**[0043]** Posteriormente, la placa se recalienta a una temperatura mínima de 1080 °C durante 20 minutos. Por debajo de 1080 °C, el paso de la laminación en caliente podría llevar a una FRT por debajo de 950 °C a la que se empezará a producir la precipitación de AlN. Tal precipitación temprana generará una disminución de textura favorable para orientaciones de grano de Goss y una disminución de fuerzas de inhibición. Siendo la fuerza de inhibición la fuerza de anclaje de Zener global que es ejercida por precipitados de distribución fina en los bordes de los granos para impedir que se engrosen. El recalentamiento se usa para homogeneizar la temperatura en la placa de modo que se tenga la misma temperatura en cada punto de la placa y se disuelvan los precipitados potencialmente existentes.

**[0044]** En el tren de laminación en caliente, la temperatura a la entrada de los rodillos de la primera reducción estará por encima de 1060 °C para evitar que una FRT caiga por debajo de 950 °C ya que no hay un aporte de energía térmica a lo largo de la etapa de laminación en caliente desde la entrada hasta la última caja. Si la FRT está por debajo de 950 °C, la textura no se verá afectada de forma significativa pero la fuerza de inhibición de los precipitados será demasiado débil y el J800 objetivo de 1,870 T no se alcanzará con la composición química y ruta de procesamiento de la invención. Después del paso de la laminación de acabado, se da un transcurso máximo de 10 segundos antes de que empiece el enfriamiento de la banda caliente. Este enfriamiento está dirigido a evitar la precipitación de nitruros de aluminio gruesos, esos precipitados se deberían formar a bajas temperaturas.

**[0045]** Idealmente, la FRT está por encima de 980 °C para maximizar la fuerza de inhibición que se almacenará en la matriz y se usará por la ruta de producción para generar las precipitaciones de recristalización y de inhibición.

**[0046]** La temperatura de bobinado tiene lugar entre 500 °C y 600 °C puesto que fuera de este intervalo, los precipitados objetivo de la invención que contienen AlN no tendrán la distribución y tamaño correctos.

**[0047]** Una banda laminada en caliente se obtiene en este paso. Evitar la aplicación del proceso de recocido de banda caliente clásico para la producción de aceros eléctricos de grano orientado antes del paso de la laminación en frío es una característica adicional de la invención con beneficios de consumo energético. El paso de la laminación en caliente lleva a una banda caliente con las siguientes características microestructurales:

**[0048]** Cualquier corte en sección transversal a través del espesor de la banda caliente que contenga la dirección de laminación muestra tres partes iguales: dos áreas simétricas externas que comprenden granos ferríticos equiaxiales y la interna que cubre una tercera parte del espesor que contiene una mezcla de granos pequeños equiaxiales y alargados (tipo "pancake") más grandes.

**[0049]** Otra característica particular de la banda caliente es que en las dos áreas externas son dominantes texturas de deformación por cizallamiento como la fibra zeta (110)[x,y,z] así como la del Cu (112)[-1,-1,1], mientras que en la tercera zona interna, las fibras  $\Theta$  (001) [x,y,z] y la  $\alpha$  (u,v,w)[1,-1,0] son los componentes más dominantes.

**[0050]** Una particularidad adicional de la calidad de la banda caliente se halla en la presencia de precipitados de AlN formados durante los pasos de la laminación en caliente, el enfriamiento y el bobinado. La precipitación parcial de aluminio soluble en ácido en el AlN mencionado anteriormente presenta una característica especial: En una realización preferida, la estructura precipitada no contiene precipitados de nitruro de aluminio (AlN) con tamaños de entre 5 nanómetros y 150 nanómetros. Los precipitados en este intervalo se engrosan demasiado en la ruta de procesamiento posterior y cuando los precipitados son gruesos tienen una capacidad de inhibición muy mala, el valor J800 disminuirá y puede caer por debajo de 1,870 T.

**[0051]** La superficie de la banda caliente se limpia usando el proceso de decapado o cualquiera alternativo de modo que se elimine cualquier capa de óxido o cualquier tipo de otros residuos de escama secundaria.

**[0052]** Posteriormente, tiene lugar un primer proceso de laminación en frío; se aplica con al menos 2 pasadas y lleva a un espesor intermedio por debajo de 1 mm usando una relación de laminación en frío mínima del 60 %.

Grados de deformación inferiores no garantizarían una energía almacenada suficiente para activar y alcanzar los futuros niveles deseados de recristalización y de precipitación para el crecimiento del grano.

- [0053]** El primer paso de la laminación en frío está seguido de un recocido intermedio también llamado  
5 recocido primario o recocido de descarburación en la invención como un proceso único o de múltiples pasos, que proporciona la recristalización primaria y la descarburación del material. Después de la descarburación, el contenido de carbono está preferentemente por debajo del 0,0025 %. Elementos como el carbono y los carburos son ubicaciones de anclaje para las paredes de dominio magnético. Además, el promedio de tamaño de grano después del recocido primario, debe estar por debajo de 16 micrómetros puesto que si los granos son gruesos en este paso,  
10 que significa que están por encima de 16  $\mu\text{m}$ , un fenómeno de herencia llevará a granos incluso más gruesos con una microestructura significativamente heterogénea hecha de granos pequeños y grandes. La pérdida en el núcleo también aumentará de forma significativa con tamaños de grano por encima de 16  $\mu\text{m}$  para la estructura recristalizada primaria.
- [0054]** Este recocido intermedio  $T_1$ , también llamado recocido primario, se lleva a cabo entre 780 °C y 920 °C durante un tiempo de remojo mínimo  $t_1$  de 2 minutos. La atmósfera ligeramente oxidante del recocido es una mezcla de hidrógeno, nitrógeno y vapor de agua combinados de modo que se disminuya el contenido de carbono del acero por debajo de un porcentaje en peso del 0,004 % y el tamaño de grano primario se mantiene por debajo de 16 micrómetros. En una práctica preferida de la invención, el contenido de carbono se mantiene, en esta etapa, por  
20 debajo del 0,0025 % y el tamaño de los granos ferríticos se mantiene por debajo de 10 micrómetros. Tal combinación mejora la textura primaria que se laminará en frío aún más de modo que se tenga la mejor textura de Goss para alcanzar el J800 por encima de 1,870 teslas con la composición química y ruta de procesamiento de la invención.
- [0055]** Posteriormente, el material se somete a un segundo paso de laminación en frío con una relación de laminación en frío mínima del 50 % aplicado con al menos dos pasadas. Generalmente el espesor después de la segunda laminación en frío es de entre 0,21 y 0,35 mm.
- [0056]** El siguiente paso consiste en la deposición de un recubrimiento separador aislante, por ejemplo un  
30 recubrimiento a base de MgO. Tal separador se aplica en la superficie del acero eléctrico laminado en frío en segundo lugar, después de lo cual la tira se bobina.
- [0057]** Posteriormente, un recocido a alta temperatura (HTA, por sus siglas en inglés), también llamado recocido secundario, se lleva a cabo y se realiza en una atmósfera hecha de una mezcla de hidrógeno y nitrógeno.  
35 La velocidad de calentamiento de 400 °C a 1150 °C está por debajo de 15 °C/s. Una vez que se alcanza la temperatura de remojo mínima  $T_2$  de 1150 °C, tiene lugar un tiempo de mantenimiento  $t_2$  de un mínimo de 10 horas. Después del mantenimiento, se lleva a cabo un enfriamiento lento de manera que la cantidad total del tiempo de recocido secundario sea superior a 120 horas. Una vez que se realiza el recocido secundario, el contenido de azufre y de nitrógeno en la matriz está por debajo del 0,001 % cada uno y el promedio de tamaño de grano del acero está  
40 por debajo de 15 mm. En una realización preferida, después del recocido secundario, el promedio de tamaño de grano está por debajo de 10 milímetros. Tal tamaño medio de los granos minimiza las pérdidas en el núcleo ya que este parámetro dependiente del espesor aumenta considerablemente con el tamaño de los granos.
- [0058]** Después del recocido secundario, se aplica un recubrimiento de aislamiento y de tensión en la  
45 superficie del acero. Es a base de una emulsión de sílice coloidal y garantiza una tensión óptima así como mejora la resistividad eléctrica del acero.
- [0059]** La llamada chapa de acero de grano altamente orientado según la invención presenta un acero con un nivel de inducción a 800 A/m por encima de 1,870 teslas y una pérdida de potencia en el núcleo por debajo de 1,3  
50 W/kg.
- [0060]** Los siguientes ejemplos son a efectos de ilustración y no están destinados a interpretarse como que limitan el alcance de la descripción en esta solicitud:
- [0061]** Las químicas de las aleaciones se dan en la tabla 1. La colada se hizo usando el proceso según la invención para producir placas cuyo espesor está por debajo de 80 mm. El número de calor (Nº de calor) identifica las diferentes composiciones químicas de 1 a 10. Los elementos de composiciones químicas en negrita y subrayados no son según la invención.



Tabla 1: Composiciones químicas (en porcentaje en peso) de las diferentes aleaciones, las indicadas en negrita y subrayadas no son según la invención

| Núm. de calor | C            | Si   | Mn   | P      | S     | Cu   | Sn           | V    | Nb   | Ti   | N     | B     | Al     |
|---------------|--------------|------|------|--------|-------|------|--------------|------|------|------|-------|-------|--------|
| 1             | 0,032        | 3,10 | 0,21 | 0,008  | 0,003 | 0,48 | 0,024        | 0,00 | 0,00 | 0,01 | 0,009 | 0,000 | 0,01   |
| 2             | 0,038        | 2,97 | 0,23 | 0,009  | 0,005 | 0,49 | 0,020        | 0,01 | 0,00 | 0,00 | 0,010 | 0,000 | 0,01   |
| 3             | 0,032        | 3,10 | 0,21 | 0,009  | 0,004 | 0,47 | 0,027        | 0,01 | 0,00 | 0,01 | 0,009 | 0,001 | 0,01   |
| 4             | 0,030        | 2,85 | 0,22 | 0,009  | 0,005 | 0,48 | 0,022        | 0,01 | 0,00 | 0,00 | 0,010 | 0,000 | 0,01   |
| 5             | 0,030        | 2,85 | 0,22 | 0,009  | 0,005 | 0,48 | 0,022        | 0,01 | 0,00 | 0,00 | 0,010 | 0,000 | 0,01   |
| 6             | 0,030        | 2,85 | 0,22 | 0,009  | 0,005 | 0,48 | 0,022        | 0,01 | 0,00 | 0,00 | 0,010 | 0,000 | 0,01   |
| 7             | 0,035        | 3,07 | 0,22 | 0,008  | 0,003 | 0,48 | 0,018        | 0,00 | 0,01 | 0,00 | 0,012 | 0,000 | 0,01   |
| 8             | <u>0,068</u> | 2,94 | 0,20 | 0,012  | 0,004 | 0,49 | <u>0,004</u> | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,012 | 0,001 | 0,02   |
| 9             | 0,041        | 3,03 | 0,20 | 0,007  | 0,004 | 0,48 | <u>0,004</u> | 0,01 | 0,00 | 0,00 | 0,009 | 0,001 | 0,01   |
| 10            | 0,041        | 3,1  | 0,2  | 0,0062 | 0,004 | 0,47 | 0,005        | 0,00 | 0    | 0,01 | 0,010 | 0     | 0,0158 |

**[0062]** En la tabla 2 a continuación, las relaciones asociadas de los elementos de composiciones químicas se muestran para los números de calor 1 a 10:

Tabla 2: relaciones de elementos químicos (los indicados en negrita y subrayados no son según la invención)

| Núm. de calor | Al-N               | Mn-Sn            | C-N               | Ti+Nb+V+B |
|---------------|--------------------|------------------|-------------------|-----------|
| 1             | 1,74               | 9                | 3,8               | 0,009     |
| 2             | 1,21               | 12               | 3,6               | 0,013     |
| 3             | 1,47               | 8                | 3,4               | 0,014     |
| 4             | 1,20               | 10               | 3,0               | 0,015     |
| 5             | 1,20               | 10               | 3,0               | 0,015     |
| 6             | 1,20               | 10               | 3,0               | 0,015     |
| 7             | <u><b>1,11</b></u> | 12               | 2,9               | 0,013     |
| 8             | 1,44               | <u><b>46</b></u> | <u><b>5,7</b></u> | 0,010     |
| 9             | 1,68               | <u><b>47</b></u> | 4,8               | 0,015     |
| 10            | 1,61               | <u><b>44</b></u> | 4,2               | 0,009     |

**[0063]** Después de la solidificación, la superficie de cada placa colada no se enfría por debajo de 850 °C.

10 Los parámetros del proceso experimentados por cada número de calor (1 a 10) se muestran en la tabla 3 aquí a continuación en la que:

• SRT ( °C): es la temperatura de recalentamiento de la placa. Esta temperatura se mantiene durante un tiempo por encima de 20 minutos y por debajo de 1 hora.

15 • F1 es la temperatura de la primera reducción de espesor.

• FRT ( °C): es la temperatura de laminación de acabado de la placa en la que tiene lugar la última reducción de espesor.

• T de bobinado ( °C): es la temperatura de bobinado

20 Tabla 3: Parámetros de laminación en caliente (lo indicado en negrita y subrayado no es según la invención)

| Núm. de calor | SRT: | F1                 | FRT               | Tº de bobinado |
|---------------|------|--------------------|-------------------|----------------|
| 1             | 1165 | 1110               | 988               | 567            |
| 2             | 1175 | 1111               | 956               | 566            |
| 3             | 1165 | 1104               | 988               | 567            |
| 4             | 1175 | 1110               | 962               | 561            |
| 5             | 1170 | 1106               | 957               | 581            |
| 6             | 1174 | 1110               | 963               | 566            |
| 7             | 1164 | 1133               | 966               | 552            |
| 8             | 1096 | <u><b>1038</b></u> | 969               | 569            |
| 9             | 1174 | 1105               | 957               | 569            |
| 10            | 1099 | 1100               | <u><b>927</b></u> | 578            |

**[0064]** Después del bobinado, se limpia la superficie de la banda caliente, y después tiene lugar una primera

laminación en frío (por encima del 60 %). El paso del recocido de recristalización primario se ha llevado a cabo en cada aleación (números de calor 1 a 10) con  $T_1$  entre 780 y 920 °C durante más de 2 minutos ( $t_1$ ) en una atmósfera hecha de una mezcla de hidrógeno, nitrógeno y vapor de agua seguido de un enfriamiento a temperatura ambiente. El contenido de carbono de todas las aleaciones está por debajo del 0,004 %.

- 5 Después tiene lugar una segunda laminación en frío (>50 %) de modo que se obtenga el espesor final de 0,3 mm para cada aleación de acero 1 a 10. Finalmente, un separador aislante a base de una emulsión de sílice coloidal se deposita en la superficie del acero " después el acero se somete a un ciclo de Recocido a Alta Temperatura (HTA, por sus siglas en inglés) conocido por sí mismo: se calienta a una velocidad por debajo de 15 °C por hora hasta una temperatura comprendida entre 600 y 1150 °C durante más de 10 horas. Los contenidos de azufre y de nitrógeno
- 10 están por debajo del 0,001 % para todas las aleaciones.

Los tamaños de los granos medidos después del paso del recocido de recristalización primario y del recocido secundario ' se muestran en la tabla 4 así como J800 y P1,7:

- Tamaño G DCA: es el tamaño de los granos después del recocido de descarburación, es decir el paso del recocido de recristalización primario. Se expresa en micrómetros.
- Tamaño G final: es el tamaño final de los granos después del recocido secundario. Se expresa en milímetros.
- J800: es la inducción magnética, expresada en teslas, y medida en un campo magnético de 800 A/m.
- P 1,7: es la pérdida de potencia en el núcleo, expresada en W/kg, y medida en una inducción magnética específica de 1,7 teslas (T). La pérdida en el núcleo se mide según la norma UNI EN 10107 e IEC 404-2.

Tabla 4: tamaños de los granos de los recocidos primario y secundario y propiedades de las aleaciones de los números de calor 1 a 10 (lo indicado en negrita y subrayado no es según la invención)

| Núm. de calor | Tipo       | J800                | p1,7               | Tamaño G DCA ( $\mu\text{m}$ ) | Tamaño G fin (mm) |
|---------------|------------|---------------------|--------------------|--------------------------------|-------------------|
| 1             | Invención  | 1,880               | 1,18               | 15,3                           | 5,0               |
| 2             | Invención  | 1,871               | 1,25               | -                              | -                 |
| 3             | Invención  | 1,878               | 1,18               | -                              | -                 |
| 4             | Invención  | 1,876               | 1,22               | -                              | -                 |
| 5             | Invención  | 1,875               | 1,23               | -                              | -                 |
| 6             | Invención  | 1,876               | 1,19               | -                              | -                 |
| 7             | referencia | <b><u>1,864</u></b> | 1,19               | -                              | -                 |
| 8             | referencia | <b><u>1,838</u></b> | <b><u>1,79</u></b> | -                              | -                 |
| 9             | referencia | <b><u>1,854</u></b> | 1,26               | -                              | -                 |
| 10            | referencia | <b><u>1,840</u></b> | 1,30               | 10,8                           | 14,2              |

- [0065] Como se muestra por la tabla 4, los N° de calor 1 a 6 son según la invención: Esos calores presentan composiciones de elementos de aleación según la invención. Además, esos han experimentado parámetros de proceso según la invención y han producido un valor de inducción a 800 A/m por encima de 1,870 teslas y una pérdida de potencia en el núcleo por debajo de 1,3 W/kg a 1,7 teslas. Se han producido usando el proceso según la invención. El número de calor 1 presenta el mejor resultado en términos de la inducción magnética ya que presenta las relaciones preferidas de los elementos de aleación.

[0066] Las referencias 7 a 10 no son según la invención:

- La referencia n° 7 presenta una relación de Al-N menor de 1,20. Como consecuencia, el valor J800 está por debajo de 1,870 teslas.
- La referencia n° 8 presenta contenidos de carbono y de estaño fuera del intervalo según la invención. Además, las relaciones de Mn-Sn y C-N no son según la invención y, finalmente F1 está por debajo de 1060. Como resultado, el valor J800 es el peor por debajo de 1,870 teslas y la pérdida en el núcleo está significativamente por encima de la máxima aceptada de 1,3 W/kg.
- La referencia n° 9 presenta un contenido de estaño no según la invención y la relación de Mn-Sn es mayor de 40. Como resultado, el valor J800 está por debajo de 1,870 teslas.
- La referencia n° 10 presenta una composición química según la invención pero la relación de Mn-Sn está por encima del límite máximo de 40 y la FRT está por debajo del límite, como consecuencia, el valor de inducción J800 está por debajo de 1,870 teslas.

- [0067] Las chapas de acero de FeSi de grano orientado según la invención se pueden usar de manera rentable para la producción de transformadores con, por ejemplo, requisitos de J800 entre 1,870 T y 1,90 T.

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de producción de chapa de acero de Fe-Si laminada en frío que comprende los pasos sucesivos que consisten en:

5 - fundir una composición de acero que contiene un porcentaje en peso:

$$2,8 \leq \text{Si} \leq 4$$

10  **$0,4 \leq \text{Cu} \leq 0,6$**

$$0,05 \leq \text{Mn} \leq 0,4,$$

15  $0,001 \leq \text{Al} \leq 0,04,$

$$0,025 \leq \text{C} \leq 0,05$$

$$0,005 \leq \text{N} \leq 0,02,$$

20  $0,005 \leq \text{Sn} \leq 0,03$

$$\text{S} < 0,015$$

Y opcionalmente Ti, Nb, V o B en una cantidad acumulada menor a 0,02,  
25 respetándose las siguientes relaciones:

$$\text{Mn}-\text{Sn} \leq 40,$$

$$2,0 \leq \text{C}-\text{N} \leq 5,0$$

30  $\text{Al}-\text{N} \geq 1,20$

y siendo el balance Fe y otras impurezas inevitables

35 - y **producir una placa que tenga un espesor no mayor de 80 milímetros**, de manera que, después de la solidificación, la superficie de dicha placa no se enfríe por debajo de 850 °C durante más de 5 minutos,

- el recalentamiento de dicha placa hasta una temperatura de entre 1080 °C y 1200 °C durante 20 minutos al menos,

- posteriormente, laminar en caliente dicha placa con una primera reducción de espesor que tiene lugar mientras la temperatura de dicha placa está por encima de 1060 °C y una última reducción de espesor que tiene lugar por

40 encima de una temperatura de laminación de acabado de 950 °C con el fin de obtener una banda caliente,

- enfriar dicha banda caliente a una temperatura que oscila entre 500 °C y 600 °C en menos de 10 segundos, después

- bobinar la banda caliente en el que **la banda caliente de Fe-Si contiene menos del 60 % de Al soluble en ácido en forma precipitada, dicho precipitado no contiene ningún precipitado de AlN en el intervalo de tamaño de**

45 **entre 5 nm y 150 nm después,**

- limpiar su superficie, después

- llevar a cabo un primer paso de laminación en frío de la banda caliente con una relación de laminación en frío de al menos el 60 % sin haber recocido previamente dicha banda caliente, después

- realizar un paso de recocido de recristalización primario a una temperatura  $T_1$  de entre 780 °C y 920 °C,

50 manteniéndose el acero a  $T_1$  durante un tiempo mínimo  $t_1$  de 2 minutos en una atmósfera compuesta de una mezcla de hidrógeno, nitrógeno y vapor de agua, después enfriar a temperatura ambiente de modo que se obtenga un contenido de carbono del acero por debajo del 0,004 % y un promedio de tamaño de grano primario por debajo de 16 micrómetros después del enfriamiento, después

- llevar a cabo un segundo paso de laminación en frío con una relación de laminación en frío de al menos el 50 %

55 para obtener el espesor final de la chapa de acero laminada en frío, después

- depositar una capa de un separador aislante en la superficie de dicha chapa de acero laminada en frío, después

- la chapa de acero laminada en frío aislada pasa por un recocido secundario en una atmósfera que contiene hidrógeno y nitrógeno, estando la velocidad de calentamiento del acero  $V_1$  por debajo de 15 °C por hora entre 600 °C y 1150 °C, manteniéndose la temperatura de la chapa a una temperatura mínima  $T_2$  de 1150 °C durante un

tiempo mínimo  $t_2$  de 600 minutos, siendo el tiempo total del recocido superior a 120 horas de modo que se reduzca el contenido para cada uno del azufre y del nitrógeno a por debajo del 0,001 % y se tenga un promedio de tamaño de grano secundario por debajo de 15 milímetros, después  
- realizar un enfriamiento lento a temperatura ambiente.

- 5 2. Un procedimiento de producción de chapa de acero de Fe-Si laminada en frío según la reivindicación 1 en el que el contenido de azufre es inferior al 0,010 %.
3. Un procedimiento de producción de chapa de acero de Fe-Si laminada en frío según la reivindicación 10 1 o 2 en el que el contenido de carbono es de entre el 0,025 % y el 0,032 %.
4. Un procedimiento de producción de chapa de acero de Fe-Si laminada en frío según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en el que, dicha placa es colada con una velocidad mínima de 4,0 metros por minuto.
- 15 5. Un procedimiento de producción de chapa de acero de Fe-Si laminada en frío según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en el que dicha Temperatura de Laminación de Acabado es de al menos 980 °C.
6. Un procedimiento de producción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 en el que, la chapa de 20 acero de grano orientado está recubierta con un recubrimiento de aislamiento y de tensión a base de una emulsión de sílice coloidal.
7. Un procedimiento de producción según cualquiera de las reivindicaciones a 1 a 6 en el que, después del recocido de recristalización primario, el contenido de carbono del acero está por debajo del 0,0025 %.
- 25 8. Un procedimiento de producción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 en el que, después del recocido primario, el promedio de tamaño de grano primario está por debajo de 10 micrómetros.
9. Un procedimiento de producción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 en el que, después del 30 recocido secundario, el promedio de tamaño de grano secundario está por debajo de 10 milímetros.
10. Chapa de acero de grano orientado obtenido mediante el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 que presenta un valor de inducción a 800 A/m por encima de 1,870 teslas y una pérdida de potencia en el núcleo inferior a 1,3 W/kg a una inducción magnética específica de 1,7 teslas (T).
- 35 11. Transformador de potencia que incluye una parte hecha de una chapa de acero de grano orientado según la reivindicación 10.