

Simulación de las transformaciones de fases de la aleación termorresistente HK 40 modificada

Simulation of the phase transformations of the modified heat resistant alloy HK 40

Maritza Mariño-Cala^{1*} <https://orcid.org/0000-0002-7586-7130>

Yanier Sánchez-Hechavarría¹ <https://orcid.org/0000-0002-9767-2799>

Ángel Eduardo Mascarell-Batista¹ <https://orcid.org/0000-0002-5042-3437>

Ernesto Martorell-Fernández¹ <https://orcid.org/0000-0002-8030-6143>

¹Universidad de Oriente, Santiago de Cuba, Cuba

* Autor para correspondencia: correo electrónico: mmarino@uo.edu.cu

RESUMEN

En este trabajo se realiza la simulación del diagrama de fases de la aleación termorresistente ACI HK 40, modificada con la adición de diferentes contenidos de aluminio y boro, utilizando el software Thermo-Calc. La aplicación del mismo permitió obtener el diagrama de fases, y evaluar la evolución de las fracciones de fases sólidas, durante la solidificación en condiciones de equilibrio, en los rangos de temperatura y composición pertenecientes a las zonas de precipitación de las fases obtenidas, en correspondencia con las propiedades mecánicas estimadas. Además, se pronosticó la evolución de la microestructura del acero al someterlo a elevadas temperaturas; se previó la precipitación de fases secundarias indeseadas como las fases

sigma (σ), y se predijo la viabilidad de aplicar tratamientos térmicos para inducir la precipitación de dichas fases secundarias, que podrían incrementar la termo-resistencia de la aleación.

Palabras clave: ACI HK 40; simulación; transformaciones de fase; método teórico; aleación termorresistente.

ABSTRACT

In this work, the simulation of the phase diagram of the heat-resistant alloy ACI HK 40 modified with the addition of different contents of elements such as aluminum and boron is carried out, using the Thermo-Calc Software. Its application allowed obtaining the phase diagram and evaluating the evolution of the fractions of solid phases, during solidification, under equilibrium conditions in the temperature and composition ranges corresponding to the precipitation windows of the phases obtained in correspondence with the estimated mechanical properties. As well as, the evolution of the microstructure of the steel when subjected to high temperatures is predicted, prevent the precipitation of unwanted secondary phases such as the sigma phases (σ) and predict the feasibility of applying thermal treatments to induce the precipitation of said secondary phases that could increase the alloy heat resistance.

Keywords: ACI HK 40; simulation; phase transformations; theoretical method; heat resistant alloy.

Recibido: 23/5/2022

Aprobado: 10/6/2022

Introducción

El acero resistente al calor Cr₂₅Ni₂₀ (ACI HK 40), es un material importante que se utiliza ampliamente en dispositivos de hornos y tubos industriales de alta temperatura. Esta es una aleación base Fe–Cr–Ni con una matriz austenítica.⁽¹⁻³⁾

La formación de microestructuras de solidificación puede proporcionar información útil sobre el proceso de fundición en aleaciones base Fe–Cr–Ni. La ruta de solidificación y la posterior

transformación sólida en las mismas, depende de su composición química [2]. Estudios previos realizados por Fu *et al.* ⁽⁴⁾ demostraron que las rutas de solidificación y las transiciones de fase se pueden predecir teóricamente de acuerdo con la composición en la aleación de equivalentes de Cr y Ni. Estos autores argumentaron que el análisis y evaluación de estos materiales pueden realizarse mediante el uso de diagramas de fases.

Kim *et al.* ⁽⁵⁾ y Whittaker *et al.* ⁽⁶⁾ plantean que la modelación de las transformaciones de fases permite aclarar los detalles de sus formaciones microestructurales de solidificación, especialmente de la última etapa. Inoue y Koseki ⁽⁷⁾, Calliari *et al.* ⁽⁸⁾ y Xianfei *et al.* ⁽⁹⁾, consideran que los datos de la modelación son muy importantes para evaluar sus propiedades y defectos en los procesos de fundición y soldadura.

Ding *et al.* ⁽¹⁰⁾ establecen que la ruta de transición de fase de la aleación ACI HK 40 es $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + M_7C_3 \rightarrow \gamma + M_7C_3 \rightarrow \gamma + M_7C_3 + M_{23}C_6 \rightarrow \gamma + M_{23}C_6$. Estos autores concluyeron que en la aleación ACI HK 40, la dendrita γ primaria crece en un ángulo inclinado de aproximadamente 30° con respecto a la dirección del gradiente de temperatura, debido a la simetría cúbica subyacente. Fu *et al.* ⁽¹¹⁾ determinaron que los carburos eutécticos precipitan directamente en el líquido, y este se vuelve más viscoso durante el proceso de enfriamiento.

Sin embargo, Argains-Juarez *et al.* ⁽¹²⁾ y Goković-Gekić *et al.* ⁽¹³⁾, afirman que, en casos reales, la secuencia de solidificación en aceros austeníticos también depende de la velocidad de solidificación, lo que influye en la posible competencia de crecimiento entre las fases sólidas estable y metaestable, a través del subenfriamiento cinético requerido para su crecimiento. Las variaciones en la tasa de solidificación también afectan la cantidad de ferrita, y provocan su aumento o disminución, dependiendo de la secuencia de solidificación para la tasa de solidificación considerada.

Guo *et al.* ⁽¹⁴⁾, reportan que durante el proceso de explotación de un tubo de aleación ACI HK 40 sometidos a altas temperaturas, los carburos primarios M_7C_3 y NbC se transforman en carburos del tipo $M_{23}C_6$ y fases γ , respectivamente, y que una gran cantidad de carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$ precipitaron en el interior de las dendritas. Estos autores demostraron que los cambios de fase en la aleación ACI HK 40 no solo afectan su microestructura durante el proceso de solidificación, sino que estas transformaciones pueden ocurrir también durante el proceso de explotación. De la misma forma Kondrat'ev *et al.* ⁽¹⁵⁾, demostraron que durante la exposición a 1 000 h y $1\ 150^\circ\text{C}$ de una probeta de acero termorresistente ACI HP40 NbTi, los carburos

eutécticos primarios se vuelven gruesos y una gran cantidad de carburos secundarios se precipitan en el interior de la dendrita.

Es importante considerar el comportamiento de la aleación durante la fundición, para garantizar un procesamiento eficaz del material (fundición, maquinado y tratamiento térmico) durante las etapas de elaboración de piezas sometidas a altas temperaturas y una microestructura que garantice el conjunto de propiedades y requerimientos durante las operaciones.^(14, 16)

La obtención del diagrama de fases permite estudiar la evolución de las fracciones de fases sólidas, durante la solidificación en condiciones de equilibrio, en los rangos de temperatura y composición correspondientes a las zonas de precipitación de las fases obtenidas, en correspondencia con las propiedades mecánicas estimadas.^(17, 18) Además, se puede pronosticar la evolución de la microestructura del acero al someterlo a elevadas temperaturas, prevenir la precipitación de fases secundarias indeseadas como las fases sigma (σ), y predecir la viabilidad de aplicar tratamientos térmicos para inducir la precipitación de dichas fases secundarias, lo que podría incrementar la termoresistencia de la aleación.^(10, 16)

La utilización de softwares informáticos especializados permite realizar la modelación y simulación de las transformaciones de fases, con mayor precisión y rapidez que los métodos tradicionales. El Thermo-Calc es un software flexible, aplicable para todo tipo de cálculo termodinámico y de diagramas multifases y multicomponentes arbitrarios, que contiene una base de datos que cubre 83 elementos químicos en estado puro, y 5 043 sustancias y compuestos químicos de las más disímiles naturalezas (metálicos, intermetálicos, sólidos, líquidos, gases y minerales) agrupados en distintos módulos, según sus características específicas.⁽¹⁹⁾

El programa utiliza cálculos de diagramas de fases para extrapolar descripciones termodinámicas, y luego aplicarlas a sistemas de “n” componentes, basado sobre la evaluación de datos experimentales de diagramas binarios, ternarios y de orden superior, incorporados a la base de datos. Con la utilización de varios modelos, se minimiza la energía libre de Gibbs de las fases en el sistema generado por el programa, y sobre la base de estos cálculos, se definen las fases y regiones de menor energía libre, donde las ecuaciones de balance, acción y conservación de masa se satisfacen a través de soluciones matemáticas y termodinámicas.⁽²⁰⁾

La técnica de Minimización de Energía Libre de Gibbs para el cálculo de equilibrio de fases, está soportada en 4 modelos: (1) Energía Libre de Gibbs (GES), para el tratamiento de las fases estables calculadas; (2) Cálculo de equilibrio heterogéneo (POLY), para el tratamiento de los

cálculos en condiciones de equilibrio heterogéneo; (3) Tabulación (TAB), para el tratamiento de las derivadas de las funciones termodinámicas y sus constantes, y (4) Optimización de parámetros (PARROT), para el tratamiento de las variables termodinámicas evaluadas.

Thermo-Calc verifica cálculos termodinámicos, aplicando funciones termodinámicas de estado siguiendo la primera y segunda leyes de la termodinámica.

$$dG = -SdT + VdP + \sum_i \mu_i dN_i \quad (1)$$

$$dA = -SdT - PdV + \sum_i \mu_i dN_i \quad (2)$$

$$dU = TdS - PdV + \sum_i \mu_i dN_i \quad (3)$$

$$dH = TdS + VdP + \sum_i \mu_i dN_i \quad (4)$$

En las que G, A, U y H son las energías de Gibbs Helmholtz, interna y la entalpía, respectivamente ($\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$); S es la entropía del sistema ($\text{kJ mol}^{-1} \text{K}^{-1}$); T la temperatura (K); P es la presión (Pa); V el volumen (m^3); μ es el potencial químico (kJ mol^{-1}), y N la cantidad de sustancia (Mole).

Estas funciones de estado simplifican la descripción del estado de equilibrio, con las correspondientes ventajas que reporta el uso de las mismas, dependiendo en cómo se controla el sistema según las cuatro posibilidades siguientes:

- Cuando se controla la temperatura, presión y composición, la función más apropiada es la energía de Gibbs (G), debido a que G es mínima ($\Delta G = 0$) durante el equilibrio.
- Si se controla la temperatura, el volumen y la composición, la función más apropiada sería la energía de Helmholtz (A) debido a que A es mínima cuando se alcanza el equilibrio.
- Si se controla la entropía, el volumen y la composición del sistema, se asegura que la energía interna (U) sea la mínima al alcanzarse el equilibrio.
- El control de la entropía, la presión y la composición del sistema conlleva a que la entalpía (H) sea la función más apropiada, por ser H mínima cuando se alcanza el equilibrio.

En este trabajo se realiza la simulación del diagrama de fases de la aleación termorresistente ACI HK 40, modificada con la adición de diferentes contenidos de aluminio y boro, utilizando el software Thermo-Calc

Materiales y métodos

Para la simulación de los diagramas, se utilizó el módulo TCFE4 de TCW.4 (versión 2010a). Inicialmente se estudiaron tres posibles variantes de aleaciones con diferentes contenidos de aluminio y boro (% en masa). Los cálculos se realizaron sobre la base de las composiciones prefijadas en la tabla 1, y las variaciones propuestas en la tabla 2.

Tabla 1- Elementos incluidos en las bases de datos de TCFE4

Elemento	% peso	Elemento	% peso	Elemento	% peso
Al	5,0	Cu	1,0	Nb	5,0
B	1,0	Mg	Trazas	Ni	22,0
C	5,0	Mn	20,0	O	Trazas
Co	15,0	Mo	10,0	P	Trazas
Cr	30,0	N	1,0	S	Trazas
Si	5,0	Ti	2,0	V	5,0
W	15,0	Fe	50,0 mínimo		

Tabla 2- Composición química de las aleaciones propuestas

Elemento (%)	Aleación I (HK-40 + Al)	Aleación II (HK-40 + B)	Aleación III (HK-40 + Al + B)
C	0,4-0,45	0,4-0,45	0,4-0,45
Si (máx.)	1,0	1,0	1,0
Mn (máx.)	1,0	1,0	1,0
Cr	24,0	24,0	24,0
Mo (máx.)	0,5	0,5	0,5
Ni	22,0	22,0	22,0
Al	1,5	---	1,0
B	---	0,5	0,5

P (máx.)	0,015	0,015	0,015
S (máx.)	0,02	0,02	0,02
Fe	Balance (49,4)	Balance(50,4)	Balance(49,4)
Masa total (kg)	20	20	20

El análisis se efectuó considerando dos aspectos, la composición de la aleación: acero fundido altamente aleado en cromo, níquel y carbono, en presencia de otros microconstituyentes como silicio, manganeso y aluminio. Estos elementos poseen diferentes temperaturas de solidificación, pero a su vez, pueden reaccionar entre sí para formar otros compuestos intermetálicos, y en segundo lugar, este acero en estado de fundición es una microestructura compuesta fundamentalmente por dendritas.⁽²¹⁾

Luego de definidas las condiciones de temperatura (máxima: 1 400 °C) y presión (máxima: 100 000 Pa), así como la composición elemental porcentual de las aleaciones, se precisará el diagrama de fase correspondiente a cada aleación.

Para determinar y caracterizar de forma experimental las fases predominantes en las aleaciones para los diferentes estados, el grado de desajuste entre las partículas y la matriz, la morfología y los parámetros de la matriz γ y los precipitados de γ' ; se realizaron análisis con técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), utilizando un microscopio electrónico de barrido PHILIPS XI 40 SFEG.

Resultados y discusión

Las figuras 1, 2 y 3 muestran los resultados de los diagramas de fases simulados para las aleaciones I, II y III. Para la aleación I (figura 1) se reporta la evolución de las fracciones en por ciento en masa de las fases principales: líquido; fase austenítica “ γ ”, y en menor cantidad la fase ferrítica “ α ” (hasta 5 % a 400 °C), correspondientes a la matriz metálica, fase γ' y fases de carburos complejos del tipo M_7C_3 a elevadas temperaturas, en la región libre de γ' y carburos del tipo $M_{23}C_6$ (alrededor de 28 %), que prevalecen hasta bajas temperaturas.

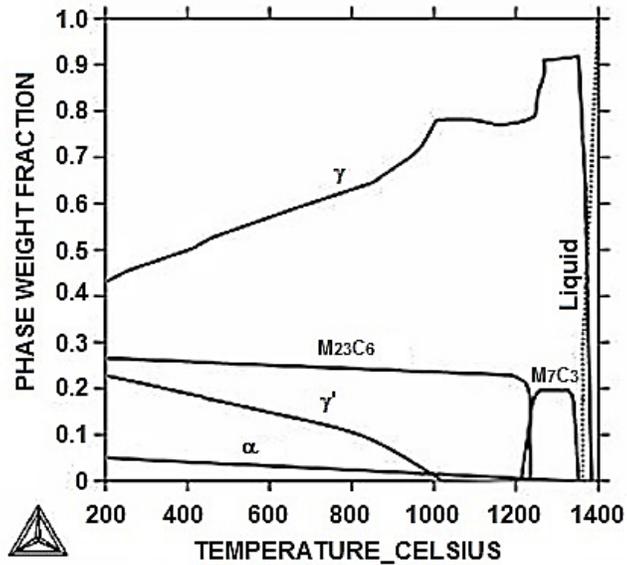


Fig. 1- Diagrama de fases obtenido para la aleación I

Las temperaturas calculadas correspondientes al líquido, sólido y solubilidad de γ' son 1 375 °C, 1 292 °C y 1 021 °C, respectivamente. El gráfico indica, además, los rangos de temperatura adecuados para los tratamientos de solubilización por encima de 1 287 °C, y envejecimiento por debajo de 1 021 °C, y la fracción de γ' a las temperaturas de análisis 10-15 %.

Estos rangos de temperatura y composición correspondientes a las zonas de precipitación de las fases reportadas, sugieren la factibilidad de obtener un material con características termodinámicas similares a las de la aleación diseñada en correspondencia con las propiedades mecánicas prefijadas. Además, es posible pronosticar la evolución de la microestructura del acero al someterlo a elevadas temperaturas, prevenir la precipitación de fases secundarias perjudiciales como las fases σ , y predecir la viabilidad de aplicar tratamientos térmicos de envejecimiento para inducir la precipitación de fases γ' secundarias, que junto a las fases de carburos $M_{23}C_6$ podrían incrementar las propiedades de termoresistencia de la aleación propuesta en los rangos de temperatura prefijados.

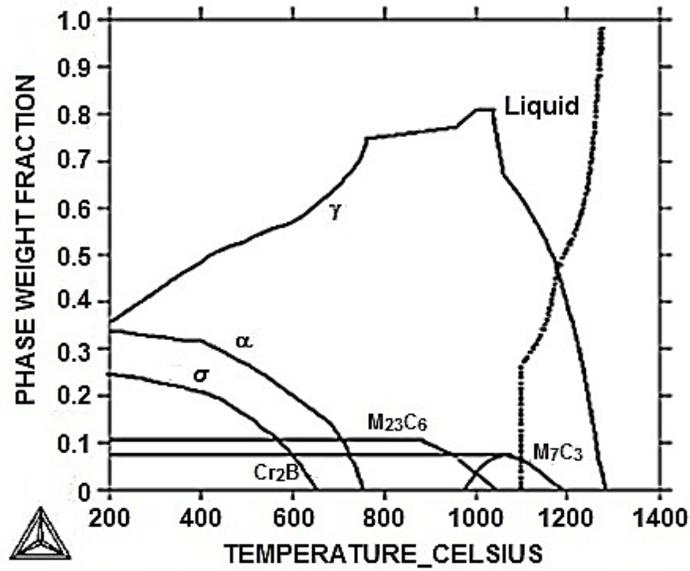


Fig. 2- Diagrama de fases obtenido para la aleación II

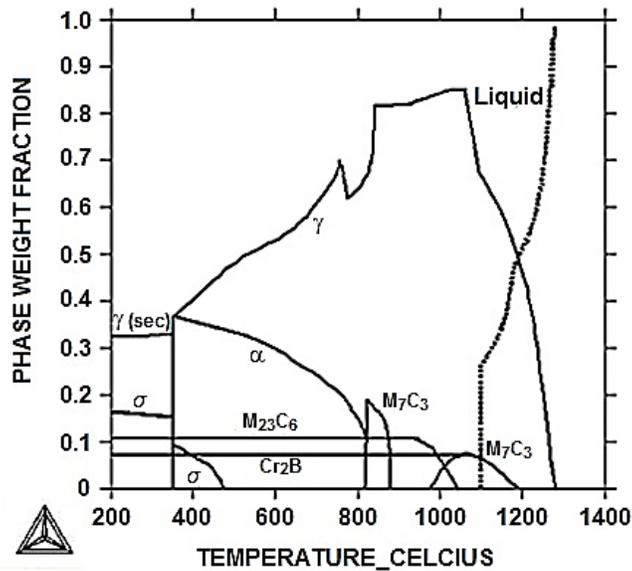


Fig. 3- Diagrama de fases obtenido par la aleación III

En los diagramas mostrados en las figuras 2 y 3 se aprecia un incremento en la cantidad de fases sigma precipitadas (35 %) hasta temperaturas de 400 °C, la ausencia de fases γ' , y un descenso en las cantidades de carburos del tipo $M_{23}C_6$ (alrededor de 10 %).

Simulación de la segregación primaria

La segregación química primaria ocurre durante la cristalización de la aleación. Durante este proceso, las dendritas crecen con gradientes de concentración y, por consiguiente, la composición final del medio interdendrítico difiere de la composición de la aleación. Para efectuar el análisis de la ocurrencia de los fenómenos de microsegregación, es preciso estudiar la evolución de las fracciones de fases sólidas durante la solidificación en función de la temperatura, lo que es posible realizar también con el uso del software Thermo-Calc. Los análisis se verificaron bajo condiciones de equilibrio y se utilizó el modelo de la aproximación de Scheil. Durante la solidificación en condiciones de equilibrio, las pequeñas velocidades de enfriamiento favorecen la ocurrencia de los procesos difusivos y las transformaciones ocurren totalmente.

En la figura 4 se muestra la evolución de la fracción sólida durante la solidificación de la aleación I en condiciones de equilibrio, en función de la temperatura, reportada por el software Thermo-Calc utilizando la aproximación de Scheil. El modelo de Scheil asume una homogeneidad perfecta en la fracción líquida, y la no ocurrencia de difusión en la fracción sólida, lo que realmente no ocurre a las temperaturas en las que se realizó el proceso de simulación y, en consecuencia, debido a que los procesos retrodifusivos reducen la microsegregación, es lógico que los perfiles de concentración durante la solidificación se encuentren en la región comprendida entre los pronosticados, asumiendo el equilibrio y los pronosticados utilizando la aproximación de Scheil.

Como se observa, ambas curvas presentan similitudes en las temperaturas de líquido y sólido, acentuándose la diferencia cuando la temperatura alcanza valores alrededor de los 1350 °C. Se observa, que para las condiciones extremas analizadas (presencia y ausencia de difusión en la fase sólida), el perfil de concentración se debe tomar entre los valores pronosticados comprendidos entre ambas curvas, lo que conduce a un análisis más engorroso, que puede simplificarse utilizando el modelo de aproximación de Scheil.

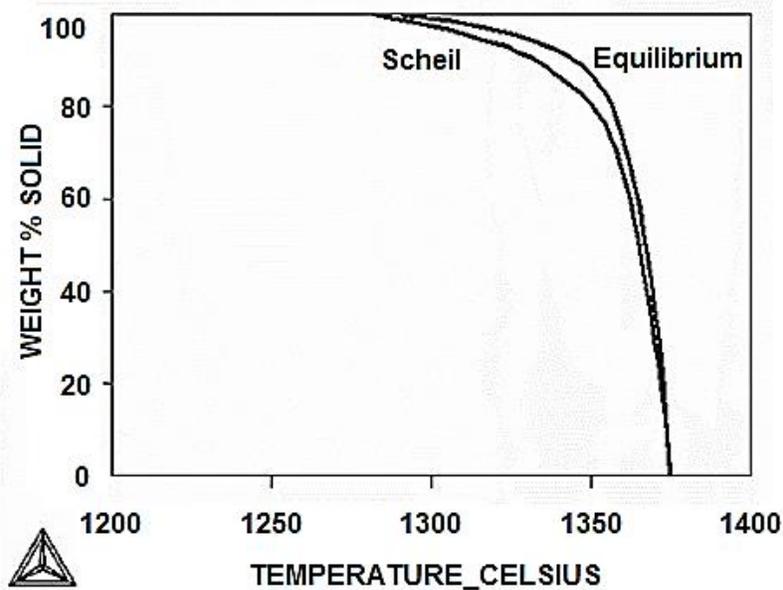


Fig. 4- Evolución de la fracción total de sólido en la aleación I pronosticada para condiciones de equilibrio y la aproximación de Scheil

El cromo y el níquel (figura 5) segregan ligeramente desde el líquido hasta que se ha alcanzado aproximadamente el 40 % de la fracción de sólido. Las cantidades de ambos elementos permanece dentro de un rango del 10 % de la composición nominal hasta que, aproximadamente el 86 % del material ha solidificado, momento en que, además, parte del cromo precipita desde el líquido para formar parte de los carburos complejos del tipo M_7C_3 , lo cual constituye una de las formas de segregación esperadas según el diagrama de equilibrio de la figura 4. En este caso, es de esperar que “M” en M_7C_3 sea principalmente cromo.

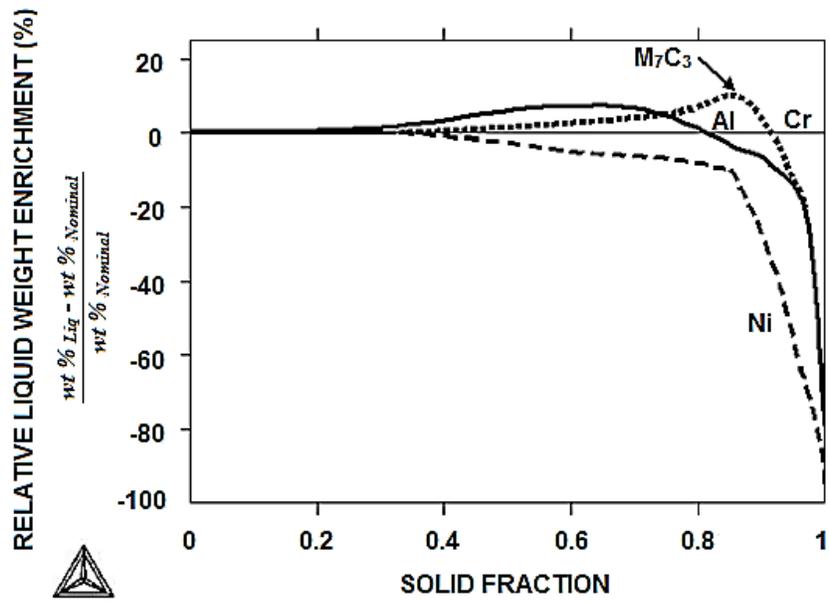


Fig. 5- Evolución de las concentraciones relativas de Cr, Ni y Al en el líquido durante la solidificación de la aleación I

En la figura 6 se muestra la ampliación de la zona correspondiente a la ventana de solidificación del Al y el Ni para la aleación I. Como se puede observar, las partículas γ' no precipitan desde el aluminio y el níquel hasta tanto no se haya alcanzado aproximadamente el 99,75 % de sólido.

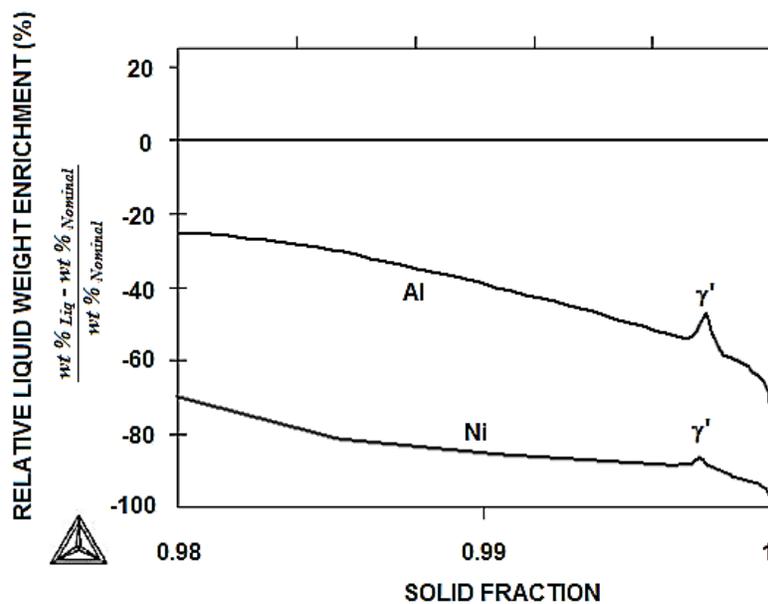


Fig. 6- Ampliación de la zona correspondiente a la ventana de solidificación del Al y el Ni en la aleación I

Durante la evolución de las concentraciones relativas de Fe y C en el líquido durante el progreso de la solidificación para la aleación I (figura 8), el hierro se concentra ligeramente en el sólido hasta que se alcanza un 96 % de la fracción sólida. El carbono no segrega del líquido hasta tanto los carburos no comienzan a precipitar.

Los resultados de la evolución de las concentraciones relativas de Cr, Ni y Al en el líquido durante la solidificación, zona correspondiente a la ventana de solidificación del Al y el Ni y evolución de las concentraciones relativas de Fe y C en el líquido durante el progreso de la solidificación, mostrados en las figuras 5, 6 y 7, se corresponden con los obtenidos previamente en el diagrama de fases mostrado en la figura 1(aleación I) en el sentido de que en esta nueva aleación no se pronostica la formación de fases indeseables a las temperaturas de interés.

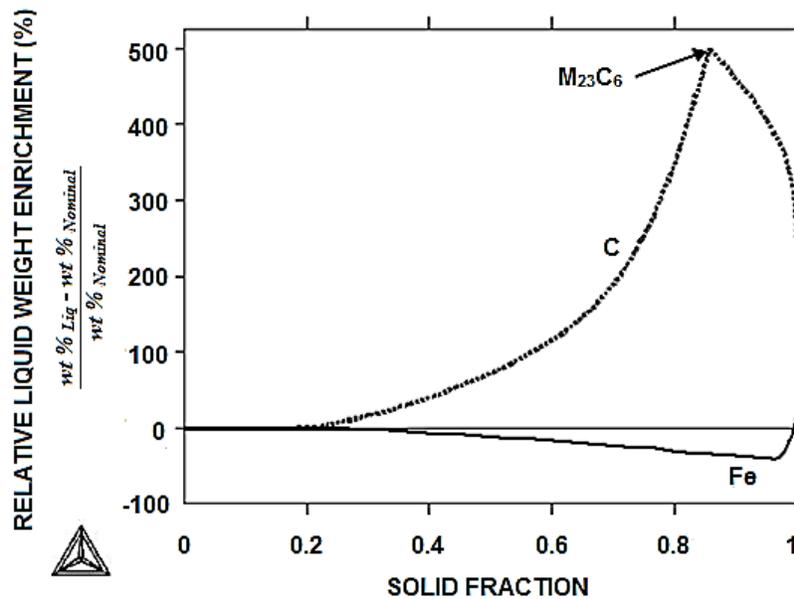


Fig. 7- Evolución de las concentraciones relativas de Fe y C en el líquido durante el progreso de la solidificación para la aleación I

Estos resultados de la simulación de las transformaciones de fases sugieren descartar, *a priori*, las aleaciones II y III, pues analizando cuidadosamente todos los diagramas obtenidos, en los mismos se puede observar, en mayor masa, fases y estructuras indeseadas (fases σ), tanto a temperatura ambiente como a altas temperaturas, y la ausencia de las fases responsables del endurecimiento por precipitación: carburos $M_{23}C_6$ y partículas γ' .

Predicción del desajuste

Los parámetros de las redes γ y γ' se utilizaron para estimar el grado de desajuste cristalográfico entre las matrices γ y γ' , según la ecuación (1). En esta ecuación se deduce que esta magnitud es proporcional a la diferencia entre los parámetros de las redes γ y γ' . El signo de este parámetro lo determinan los valores absolutos de α_γ y $\alpha_{\gamma'}$. Cuando $\alpha_\gamma > \alpha_{\gamma'}$, el desajuste es positivo, mientras que si el mismo es negativo significa que la fase γ' tiene parámetro de la red menor que el de la fase γ . Las cantidades relativas de α_γ y $\alpha_{\gamma'}$ deben ser controladas para lograr los bajos valores requeridos y una morfología uniforme en los precipitados. En la figura 8 se muestra el pronóstico de la evolución del desajuste de las redes γ/γ' con la temperatura para las composiciones en equilibrio.

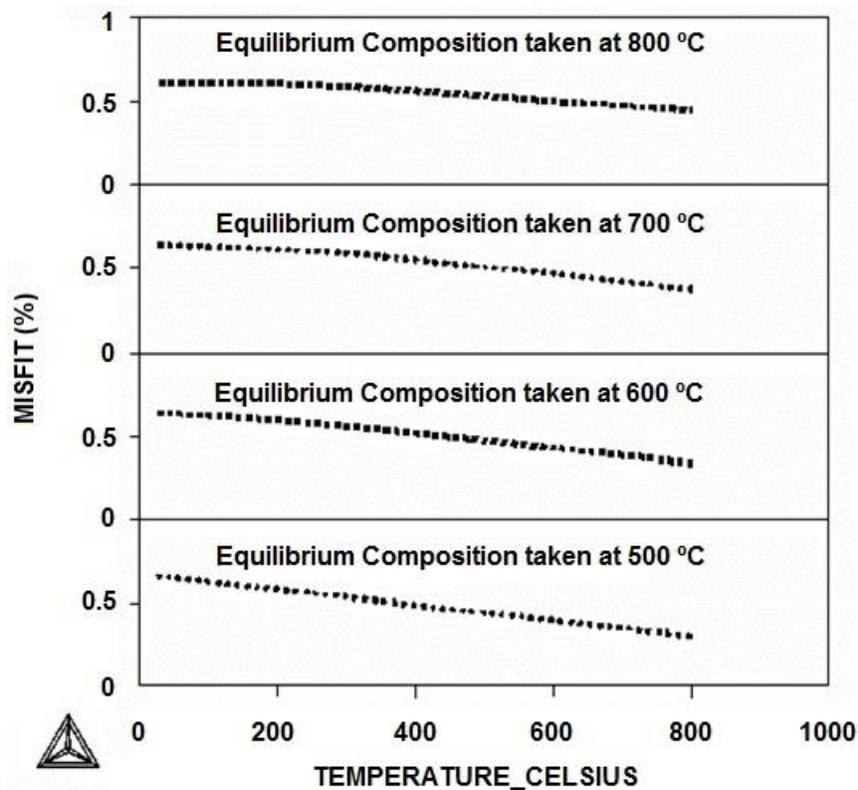


Fig. 8- Pronóstico de la evolución del desajuste de las redes γ/γ' de la aleación I con la temperatura

Como se observa, el grado de desajuste pronosticado es pequeño, tanto a temperatura ambiente como a las temperaturas de servicio, y toma valores entre 0,25 y 0,5; lo que está en correspondencia con los resultados deseados. Estos pequeños valores de grado de desajuste

resultan beneficiosos para el funcionamiento de la aleación, pues incrementan la resistencia a la termofluencia al estabilizar la interfase γ/γ' , y dificultan el crecimiento de las partículas γ' y su aglomeración durante la termofluencia a elevadas temperaturas.

En resumen, los diagramas de las figuras 5, 6 y 7 revelan la no presencia de fases indeseables después de la solidificación de la aleación I. La presencia de pequeñas cantidades de fase ferrítica α (hasta 5 %) en la aleación I (figura 1) no afecta en modo alguno la estabilidad microestructural de aleación a las temperaturas de trabajo, en el sentido de que esas cantidades no son suficientes para promover fases secundarias indeseables como las fases σ , resultados que coinciden con los de Velázquez.⁽²²⁾ La predicción de la no ocurrencia de fenómenos de microsegregación durante la solidificación de la aleación pronosticada utilizando la aproximación de Scheil, es un factor esencial para considerar en la valoración de la calidad de la aleación I pues, conjuntamente con los resultados mostrados en la figura 1, permite pronosticar una estabilidad microestructural de la aleación durante las exposiciones a largo plazo a elevadas temperaturas.

La presencia de fases indeseables como las fases sigma y ferrítica, en cantidades superiores al 5 % indica que se descarten las aleaciones II y III. Estos resultados parciales obtenidos mediante las simulaciones justifican que la aleación I sea tomada como aleación patrón por cumplir *a priori*, los requisitos de ingeniería establecidos desde el punto de vista metalúrgico (microestructura de la aleación) y mecánico (termoresistencia de la aleación), resultados que serán verificados en el próximo capítulo a través de los correspondientes ensayos.

Análisis microestructural y microanálisis de las aleaciones

El análisis microestructural de las aleaciones I, II y III en estado fundido, mostrado en las figuras 9, 10 y 11, permitió determinar la presencia de una microestructura formada por granos dendríticos típicos de acero inoxidable fundido. En el caso de la aleación I (figura 9), se observan anchas franjas de carburos que bordean los granos austeníticos y de partículas distribuidas uniformemente por toda la matriz. En las aleaciones II y III (figuras 10 y 11) se aprecian franjas de carburos en el límite de los granos austeníticos, fase ferrítica y partículas γ' acompañadas de fases sigma dispersas en la vecindad del borde los granos.

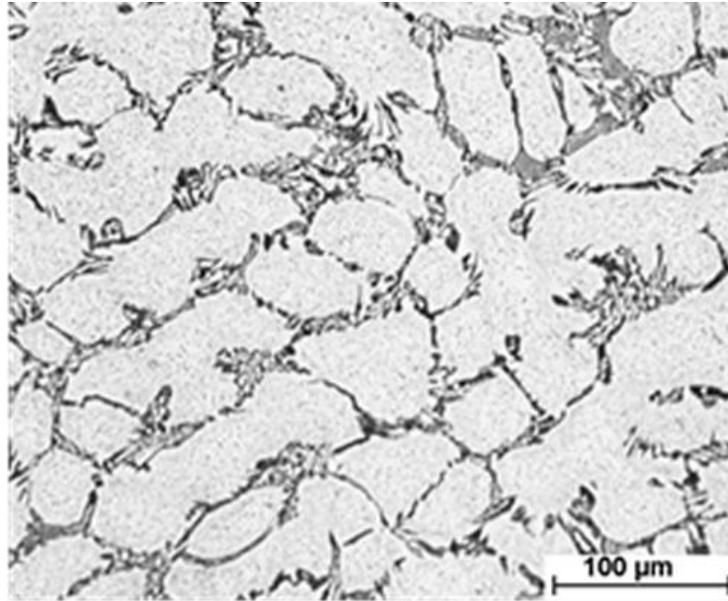


Fig. 9- Micrografía Electrónica de Barrido (SEM) de la aleación I en estado fundido

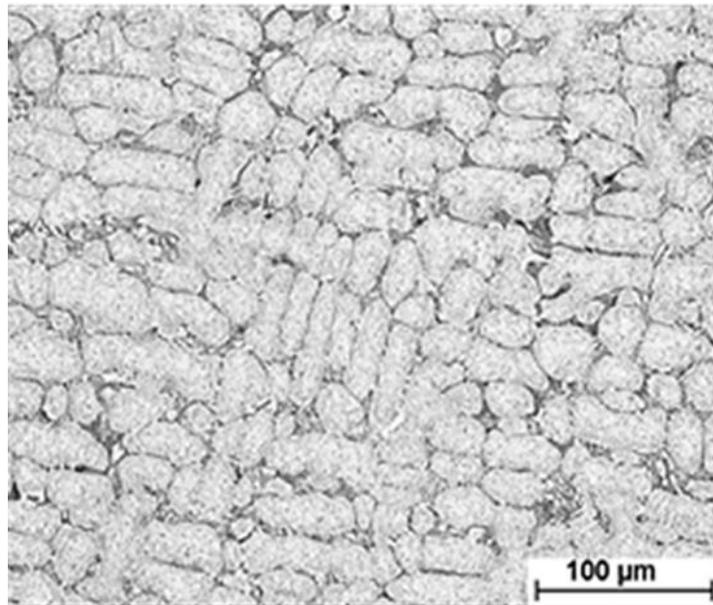


Fig. 10- Micrografía Electrónica de Barrido (SEM) de la aleación II en estado fundido

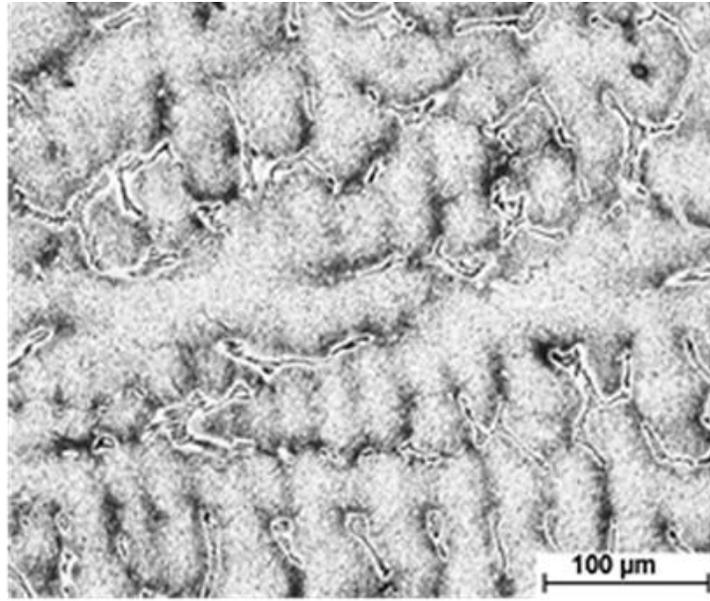


Fig. 11- Micrografía Electrónica de Barrido (SEM) de la aleación III en estado fundido

En las figuras 12, 13, y 14 se muestran los espectros EDAX correspondientes a las fases ferrítica y sigma de las aleaciones II y III. En estas figuras, la altura de los picos de Fe denota el predominio de este elemento en las fases analizadas, reportándose, además, la presencia del Cr y Ni disueltos en las mismas. Los espectros EDAX correspondientes a cada microanálisis aparece el contenido de cada elemento en fracción másica (Wt %) y por ciento atómico (At %). La presencia de cromo, hierro y níquel en fases sigma pertenecientes a aceros austeníticos fundidos también fue reportada por Velázquez.⁽²²⁾

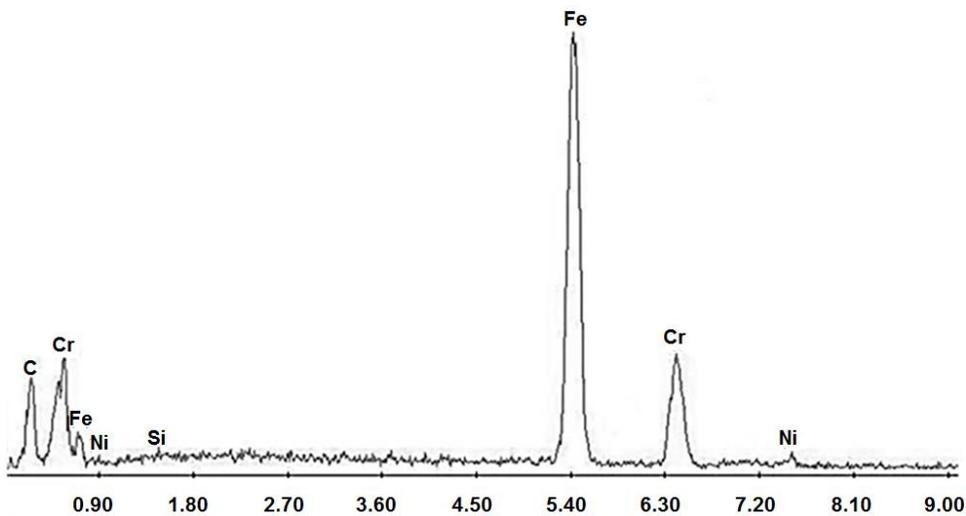


Fig. 12- Espectro EDAX de la fase ferrítica de la aleación II

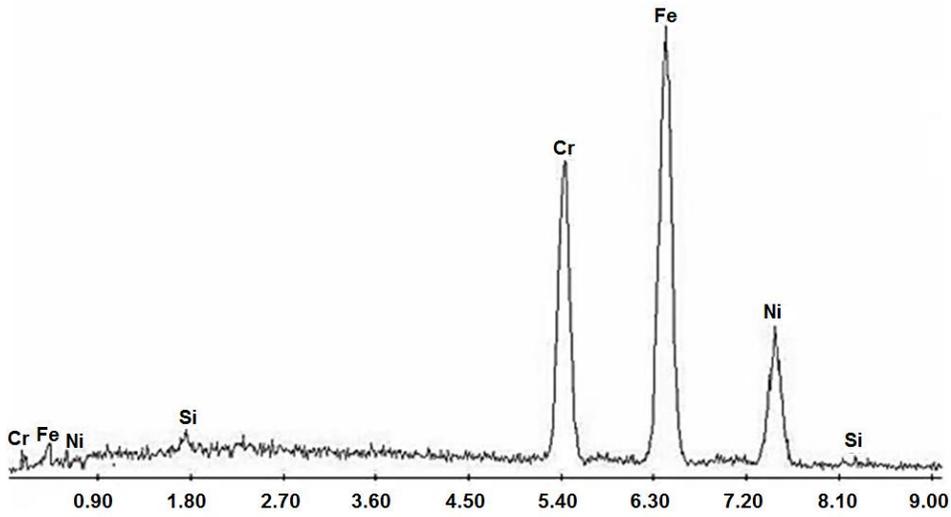


Fig. 13- Espectro EDAX de la fase sigma de la aleación II

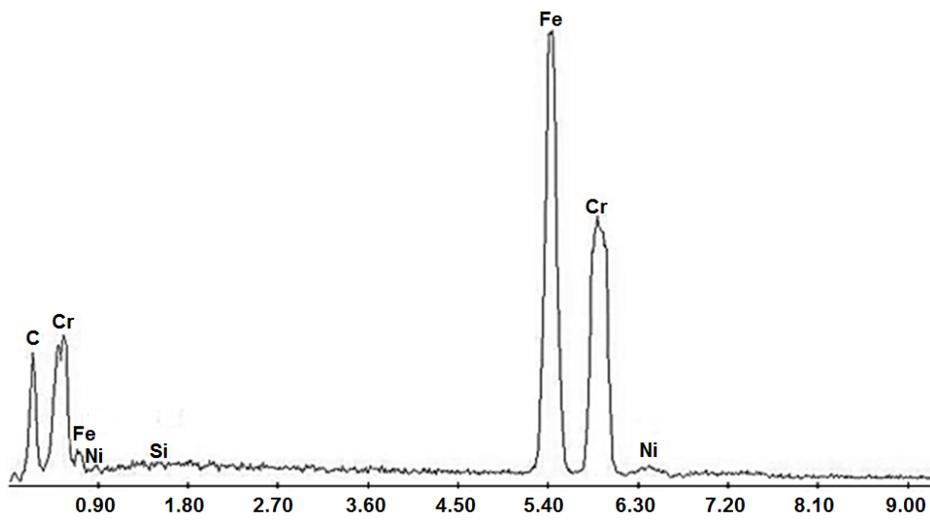


Fig. 14- Espectro EDAX de la fase ferrítica de la aleación III

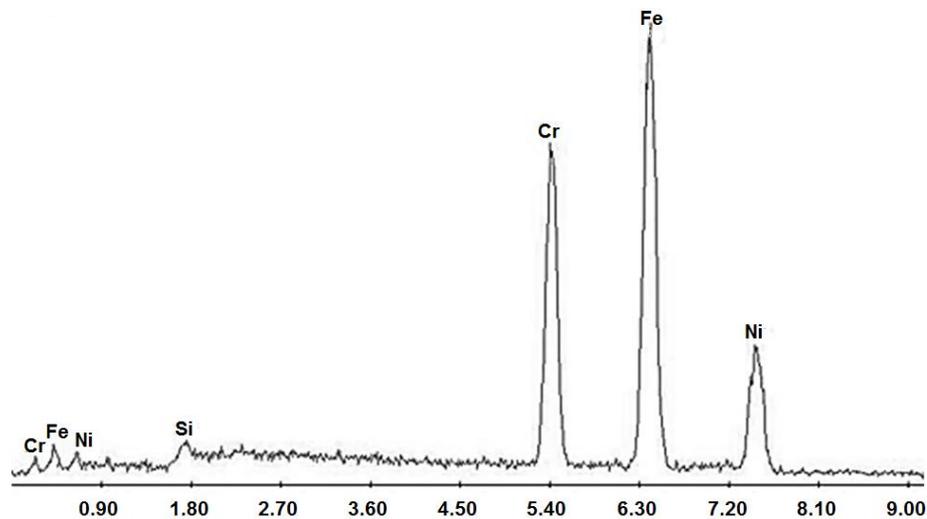


Fig. 15- Espectro EDAX de la fase sigma de la aleación III

Los resultados de los análisis metalográficos resumidos y de los microanálisis mostrados en las figuras 12-15, tienen plena correspondencia con los pronósticos de los diagramas de fases analizados.

Después de realizar el análisis de los resultados se llegó a las siguientes consideraciones:

1. Los diagramas de fases obtenidos para las aleaciones evaluadas pronostican a las temperaturas de análisis, la presencia de las fases austenítica “ γ ”, ferrítica “ α ” con cantidades inferiores al 5 %; gamma prima “ γ' ”, carburos complejos del tipo $M_{23}C_6$ para la aleación I. La ausencia de gamma prima “ γ' ” y presencia de fases sigma, con un incremento considerable de la fase ferrítica y un descenso en las cantidades de carburos del tipo $M_{23}C_6$, se predicen para las aleaciones II y III.
2. Se verificó que durante la solidificación de la aleación I las concentraciones relativas de Cr y Ni permanece dentro de un rango del 10 % de la composición nominal hasta que, aproximadamente el 86 % del material ha solidificado, momento en que parte del cromo precipita desde el líquido para formar parte de los carburos complejos del tipo M_7C_3 , lo cual constituye una de las formas de segregación esperadas según el diagrama de equilibrio.
3. Se demostró, que durante la evolución de las concentraciones relativas de Fe y C en el líquido en el progreso de la solidificación para la aleación I, el hierro se concentra ligeramente en

el sólido hasta que se alcanza un 96 % de la fracción sólida. El carbono no se separa del líquido hasta tanto los carburos no comienzan a precipitar.

Conclusiones

La presencia de una estructura austenítica con extensas bandas de carburos distribuidos en el borde de los granos y precipitados intermetálicos dispersos en la matriz de la aleación I y la existencia de una fase ferrítica con fracciones volumétricas superiores al 10 % y fases sigma en las aleaciones II y III, permiten validar el criterio de selección de la aleación I como la idónea para evaluar su comportamiento mecánico, fundamentalmente el conjunto de requisitos metalúrgicos relacionados con la estabilidad microestructural y presencia de las fases deseadas.

Dedicatoria

Dedicado al 75 aniversario de la Universidad de Oriente.

Agradecimientos

Al personal del Laboratorio de Materiales de la Universidad deThessaly, en Grecia, por facilitar la realización de las simulaciones con el uso de Thermo-Calc, y al personal del Centro Helénico de Investigaciones Metalúrgicas (Elkeme), por permitir el uso de sus laboratorios en los cuales se realizaron los ensayos experimentales.

Referencias bibliográficas

1. TANCRET, F.; BHADSHIA, H. K. D. H. “Design of a creep resistant nickel base superalloy for power plant applications: Part 2-Phase diagram and segregation simulation”. *Materials science and technology*. 2003, **19** (3), 291-295. ISSN: 0267-0836.

2. NAVAEI, A.; ESLAMI-FARSANI, R.; ABBASI, M. "Evaluation and modification of inclusion characteristics in HK 40 heat resistant cast steel". *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 2013, **20** (4), 354-359. ISSN: 1674-4799.
3. DING, X. F.; LIU, D. F.; ZHENG, Y. R.; FENG, Q. "Effect of B micro-alloying on micro-porosities in as-cast HK 40 alloys". *Acta Metallurgica Sinica*. 2015, **51** (9), 1121-1128. ISSN: 1006-7191.
4. FU, J. W. *et al.* "Formation of a two-phase microstructure in Fe–Cr–Ni alloy during directional solidification". *Journal of Crystal Growth*. 2008, **311** (1), 132-136. ISSN: 0022-0248.
5. KIM, Y. J. *et al.* "High temperature mechanical properties of HK 40-type heat-resistant cast austenitic stainless steels". *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2010, **19** (5), 700-704. ISSN:1059-9495.
6. WHITTAKER, M.; WILSHIRE, B.; BREAR, J. "Creep fracture of the centrifugally-cast super austenitic steels, HK 40 and HP40". *Materials Science and Engineering: A*. 2013, **580**, 391-396. ISSN: 0921-5093.
7. INOUE, H.; KOSEKI, T. "Solidification mechanism of austenitic stainless steels solidified with primary ferrite". *Acta Materialia*. 2017, **124**, 430-436. ISSN:1359-6454.
8. CALLIARI, I. *et al.* "Investigation on solid-state phase transformations in a 2510 duplex stainless steel grade". *Metals*, 2020, **10** (7), 967. ISSN: 2075-4701.
9. XIANFEI, D. I. N. G.; DONGFANG, L. I. U.; YUNRONG-ZHENG, Q. F. "Effect of B micro-alloying on micro-porosities in as-cast HK 40 alloys". *Acta Metallurgica Sinica*. 2015, **51** (9), 1121-1128. ISSN: 1006-7191.
10. DING, X. F. *et al.* "Solidification microstructure formation in HK 40 and HH40 alloys". *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*. 2016, **23** (4), 442-448. ISSN: 1674-4799.
11. FU, J. W. *et al.* "Formation of a two-phase microstructure in Fe–Cr–Ni alloy during directional solidification". *Journal of Crystal Growth*. 2008, **311** (1), 132-136. ISSN: 0022-0248.
12. ARGANIS-JUÁREZ, C. R. *et al.* "Sensitization of an austenitic stainless steel due to the occurrence of δ -ferrite". *Corrosion Reviews*. 2019, **37** (2), 179-186. ISSN: 2191-0316.
13. GOKOVIĆ-GEKIĆ, A.; AVDUŠINOVIĆ, H.; HODŽIĆ, A.; MANDŽUKA, E. "Effect of Temperature and Time on Decomposition of δ -ferrite in Austenitic Stainless Steel" *Materials and Geoenvironment*. 2020, **67** (2), 65-71. ISSN: 2772-8838.

14. GUO, J.; CAO, T.; CHENG, C.; ZHAO J. “Mechanism of $M_{23}C_6 \rightarrow M_7C_3$ carbides reaction of $Cr_{35}Ni_{45}Nb$ type alloy during carburization”. *Materials Research Express*. 2021, **8** (9), 1-7. ISSN: 2053-1591.
15. KONDRAT’EV, S. Y. *et al.* “Kinetics of the formation of intermetallic phases in HP-type heat-resistant alloys at long-term high-temperature exposure”. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2017, **48** (1), 482-492. ISSN:1073-5623.
16. SAUCEDO-MUÑOZ, M. L. *et al.* “Precipitation analysis of as-cast HK 40 steel after isothermal aging”. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*. 2017, **24** (10), 1125-1133. ISSN: 1674-4799.
17. VALIENTE-BERMEJO, M. A.; WESSMAN, S. “Computational thermodynamics in ferrite content prediction of austenitic stainless-steel weldments”. *Welding in the World*. 2019, **63** (3), 627-635. ISSN: 432-288.
18. MARIN, R. *et al.* “ σ -phase formation in super austenitic stainless steel during directional solidification and subsequent phase transformations”. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2020, **51** (7), 3526-3534. ISSN:1073-5623.
19. ANDERSSON, J. O. *et al.* “Thermo-Calc& DICTRA, computational tools for materials science”. *Calphad*. 2002, **26** (2), 273-312. ISSN 0364-5916.
20. BALE, C. W. *et al.* “FactSage thermochemical software and databases—recent developments”. *Calphad*. 2009, **33** (2), 295-311. ISSN: 2191-0316.
21. MARIÑO, M. *et al.* “Design of a creep resistant iron-base superalloy for Herreshoff furnaces. Part I-Mechanical properties modelling and phase diagram simulation”. *Minería & Geología*, 2008, **24** (3), 1-17. ISSN: 1993-8012.
22. VELÁZQUEZ, A. “Fragilización de la aleación HH por precipitación de fases sigma”. Tesis de doctorado, Instituto Superior Minero Metalúrgico Dr. Antonio Núñez Jiménez, Moa, Holguín, 2002. Revisado en 18-25 enero de 2022. URL: <https://1library.co/document/z31jv48y-fragilizacion-aleacion-hh-precipitacion-fases-sigma.html>

Conflicto de interés

Los autores expresan que no hay conflictos de intereses en el manuscrito presentado.

Contribución de los autores

Maritza Mariño Cala: Concepción de la investigación. Realizó los análisis microestructurales y los microanálisis de las aleaciones. Desarrolló los análisis de los diagramas de fase y respondió las observaciones de los árbitros.

Ángel Eduardo Mascarell Batista: Realizó el procesamiento de los datos en el software ThermoCalcTCW.4 (Versión 2010a) y desarrolló los análisis de los diagramas de fase.

Ernesto Martorell Fernández: Realizó el procesamiento de los datos en el software ThermoCalcTCW.4 (Versión 2010a) y desarrolló los análisis de los diagramas de fase.

Yanier Sánchez Hechavarría: Concepción de la investigación. Desarrolló el procesamiento de los resultados de las espectrometrías y microscopía electrónica. Desarrolló los análisis de los diagramas de fase y respondió las observaciones de los árbitros.