

Evolucion microestructural y comportamiento mecánico de aceros fundidos resistentes al calor sometidos a alta temperatura de servicio^(*)

J.L. Garin*, R.L. Mannheim* y F.J. Manríquez*

Resumen

Se determinaron los cambios producidos en la microestructura y en las propiedades mecánicas de dos aceros fundidos resistentes al calor, al ser sometidos a recocidos para inducir la formación de la fase sigma. La investigación analizó la influencia del tiempo de calentamiento a 1.053 K, en la formación de la fase sigma y su consecuente relación con algunas propiedades mecánicas seleccionadas, de aceros tipo HC (28,6Cr-1,9Ni-0,4C) y HD (28,3Cr-5,8 Ni-0,4C). Los resultados obtenidos evidenciaron la formación de fase sigma, inicialmente, en los bordes de grano austenita-ferrita avanzando, luego, masivamente hacia el seno de la matriz ferrítica, para alcanzar valores extremos de aproximadamente 25 % y 55 % en HC y HD, respectivamente, al cabo de 120 h de tratamiento. La precipitación de sigma en ambos materiales exhibió un mecanismo de nucleación y crecimiento del tipo Jonson-Mehl-Avrami. El comportamiento mecánico se caracterizó, principalmente, por una drástica disminución en la tenacidad y un aumento de la dureza.

Palabras clave

Microestructura; Fase sigma; Aceros resistentes al calor; Fundición; Comportamiento mecánico.

Microstructural evolution and mechanical behavior of cast heat-resistant steels subjected to high service temperature

Abstract

The microstructure and mechanical properties evolution were determined in two cast heat-resistant steels upon annealing processes to induce sigma-phase formation. The research analyzed the influence of heating time at 1053 K on the formation of sigma and its relationship with selected mechanical properties, in HC-type steels (28,6Cr-1,9Ni-0,4C) and HD-type steels (28,3Cr-5,8 Ni-0,4). The obtained results evidenced formation of sigma-phase initially along ferrite-austenite grain boundaries, but at longer times sigma precipitates in the bulk of the ferrite grains, reaching maximum values of approximately 25 % and 55 % in HC and HD respectively, after 120 hours treatment. Precipitation of sigma in both alloys resembled the Johnson-Mehl-Avrami's mechanism stated for nucleation and growth. The mechanical behavior mainly depicted a strong decrease of toughness and a moderated increase of hardness.

Keywords

Microstructure; Sigma-phase; Heat-resistant steels; Casting; Mechanical behavior.

1. INTRODUCCIÓN

La importante producción mundial de aceros fundidos resistentes al calor ha motivado, durante los últimos años, una gran variedad de trabajos de investigación orientados al estudio de la microestructura y propiedades de estos materiales, con el propósito de optimizar sus procesos de fabricación, como también el alcance de sus aplicaciones en el medio industrial. De esta forma, los aceros refractarios encuentran amplias posibilidades de uso en la industria metalúrgica

y minera, metal-mecánica, química, petroquímica, papelería y otras, atendiendo a su buena resistencia mecánica en presencia de gases y líquidos corrosivos a temperaturas, normalmente, sobre 873 K [1-4]. Dependiendo de los contenidos de cromo y de níquel del material fundido, su microestructura puede resultar en una distribución predominantemente ferrítica, austenítica o de fase dual, como se indica en el diagrama ternario de equilibrio de fases mostrado en la figura 1^[5], incluyendo, además, una fina distribución de carburos y otras fases intermedias en la

(·) Trabajo recibido el día 12 de noviembre de 2007 y aceptado en su forma final el día 6 de mayo de 2008.

* Universidad de Santiago de Chile. Departamento de Ingeniería Metalúrgica. Casilla 10233, Santiago, Chile.

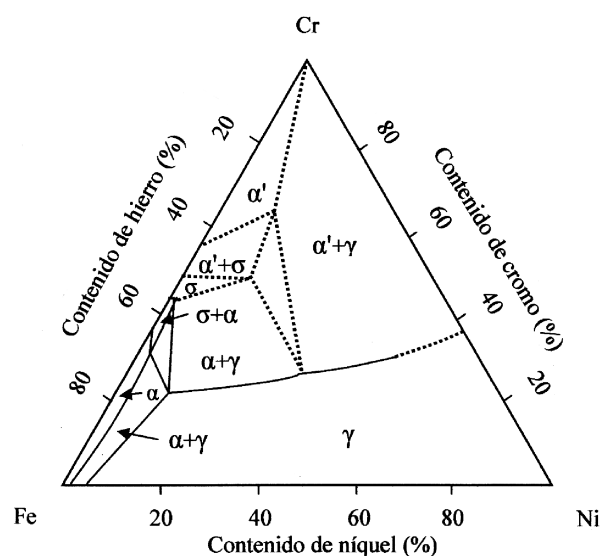


Figura 1. Sistema Fe-Cr-Ni: corte isotérmico a 1.073 K. Se observan las zonas de estabilidad de la fase sigma.

Figure 1. Fe-Cr-Ni system: isothermal section at 1,073 K. Stability zones of sigma-phase can be observed.

matriz metálica cuando se adiciona carbono al sistema^[6]. En este contexto, aceros refractarios con contenido de carbono mayor que 0,20 % exhiben la presencia de algunos carburos de hierro y cromo, del tipo $M_{23}C_6$ y M_7C_3 ^[7], independientemente del proceso de solubilización que haya experimentado el material; estos carburos aumentan notablemente la resistencia mecánica del material a altas temperaturas. Otras fases como α' , μ , χ , ε y G también pueden precipitar, pero su detección es normalmente muy difícil debido a su bajo contenido relativo en la aleación. La figura 2 describe, en términos cualitativos, la influencia de los elementos de aleación sobre la precipitación de dichas fases intermedias en el sistema Fe-Cr-Ni-C^[8]. Las aleaciones con bajo contenido de níquel, como lo son aquellas de grado HC o HD, con microestructura total o parcialmente ferrítica, son susceptibles de fragilización por exposición prolongada a temperaturas en el intervalo de 813 a 1.173 K. Este comportamiento obedece a la transformación que la matriz ferrítica o zonas de ferrita experimentan parcialmente hacia la formación de la fase intermedia denominada "fase sigma"^[9]. Este microconstituyente es un compuesto intermetálico complejo, formado principalmente por hierro y cromo, de gran dureza y fragilidad, cuya estructura tipo, basada sobre una distribución atómica ideal con estequiometría AX_2 y código de Pearson Pt30, cristaliza con grupo espacial $P4_2/mnm$. Dado que la composición

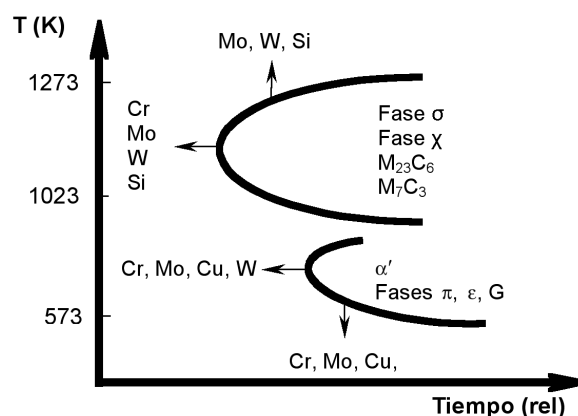


Figura 2. Efecto de los elementos de aleación sobre la formación de fases intermedias en el sistema Fe-Cr-Ni-C.

Figure 2. Effects of alloying elements on the formation of intermediate phases in the Fe-Cr-Ni-C system.

química en el sistema Fe-Cr es aproximadamente Cr_6Fe_7 , los átomos de cromo y hierro exhiben una distribución desordenada en los correspondientes lugares cristalográficos, con factores de ocupación determinados por las posiciones equivalentes definidas por el grupo espacial, resultando en un ordenamiento del tipo Frank-Kasper^[10]. Este tipo de ordenamiento atómico comprende un gran número de enlaces direccionales, lo cual imposibilita la deformación plástica del cristal y origina una estructura extremadamente frágil. La fase sigma nuclea preferentemente sobre bordes de grano con presencia de fase ferrítica, esto es, Fe- δ -austenita, Fe- α -austenita o Fe- δ -Fe- δ y, luego, crece hacia la fase ferrítica, más rica en cromo. Cuando la composición en hierro y cromo es aproximadamente equi atómica, la precipitación ocurre a través de una transformación de orden-desorden de la fase α , de acuerdo con la siguiente expresión:



a la vez que menores contenidos de cromo causan la formación del compuesto mediante una reacción eutectoide^[11] definida por la expresión siguiente:



La precipitación de fase sigma resulta particularmente perjudicial en muchas aplicaciones industriales, debido a que reduce notablemente la tenacidad y la resistencia a la corrosión de las aleaciones a temperatura ambiente. También, puede afectar a la resistencia a

la termofluencia (pendiente de la curva $\varepsilon(T)$ durante la etapa de deslizamiento de las dislocaciones) a altas temperaturas, de modo creciente con el tiempo de exposición en su intervalo térmico de formación^[12-15]. Por otra parte, la posibilidad de formación de fase sigma en uniones soldadas mediante arco eléctrico revisite gran importancia, particularmente cuando las piezas así manufacturadas se deben someter a prolongados ciclos térmicos sobre 873 K. En efecto, la fase sigma puede precipitar tanto en el cordón de soldadura como en las zonas afectadas térmicamente, cuando el contenido mínimo de cromo es del 17 %^[16].

Dado que basta una pequeña cantidad relativa de fase sigma en la microestructura de este tipo de materiales para reducir la ductilidad, tenacidad y resistencia a la corrosión por picado, el fenómeno ha sido investigado con gran interés. Sin embargo, la identificación certera de las fases componentes no procede con facilidad, debido a que los precipitados son frecuentemente difíciles de observar y requieren técnicas precisas de ataque metalográfico. En efecto, aunque la técnica de difracción de rayos X es muy útil para la identificación de fases cristalinas, las técnicas metalográficas son esenciales para lograr un adecuado entendimiento de los fenómenos de transformación en estos aceros. Aún más, la microscopía asistida por ordenador, donde el análisis de imágenes depende de la habilidad del sistema óptico para resolver la microestructura, requiere datos experimentales de alta calidad. En general, la presencia de más de tres fases dificulta la obtención de resultados precisos. En virtud de estas consideraciones se llevó a cabo el presente trabajo, cuyo objetivo principal fue evaluar formación de la fase sigma y otros microconstituyentes, en términos del tiempo de recocido de dos aceros resistentes al calor, tipo HC y HD, donde dos fases de solubilidad sólida, dos tipos de carburos complejos y la fase sigma componen normalmente la microestructura de estas aleaciones, cuando se someten a servicio en condiciones industriales. Finalmente, se consideró la influencia de la presencia de fase sigma en el comportamiento mecánico de las aleaciones en estudio.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

La metodología experimental realizada en este estudio comprende la fundición de las aleaciones grado HC y HD, tratamientos térmicos de homogeneización y precipitación de la fase sigma, caracterización química y microestructural, determinación cuantitativa de fases por medio de análisis digital de imágenes y difracción de rayos X, y determinación del comportamiento mecánico por medición de algunas propiedades de mayor interés.

2.1. Fabricación de las aleaciones

La preparación de las aleaciones analizadas en esta investigación se efectuó a escala industrial en un horno de inducción (INDUCTOTHERM VIP 250) de 350 kg de capacidad. Las fundiciones se colaron en moldes tipo "Y", manufacturados con arena de sílice de alta pureza (98 %) y resina fenólica autofraguante, de acuerdo a la norma ASTM A395, para lograr probetas con secciones de ensayo de 13, 25 y 50 mm de espesor. Los materiales componentes de la carga metálica utilizada para preparar las aleaciones fueron chatarra de aceros inoxidables 316 y 420, chatarra de acero AISI 1020 y ferroaleaciones de cromo (70 %) de bajo carbono (0,03 %) y alto carbono (7,00 %). La temperatura de colada osciló alrededor de 1.893 K. La composición química de las piezas Y resultantes, determinada mediante espectrometría de emisión (SPECTROLAB), se detalla en la tabla I. Los valores obtenidos se encuentran dentro de los rangos de composición establecidos para los aceros fundidos grado HC (UNS J92605, A297, A608) y grado HD (UNS J9300, A297, A608).

2.2. Metalografía y tratamientos térmicos

Las muestras para observación metalográfica y tratamientos térmicos de homogeneización y precipitación, con superficie de trabajo rectangular de 45x25mm² y 5 mm de espesor, se extrajeron de

Tabla I. Tabla I. Composición química de las muestras (% en peso)

Table I. Chemical composition of the samples (weight %)

Acero	C	Cr	Ni	Si	Mn	Mo	P	S
Grado HC	0,39	28,65	1,92	0,75	0,39	0,14	0,04	0,010
Grado HD	0,41	28,32	5,08	0,53	0,47	0,61	0,03	0,008

diferentes niveles de las secciones de prueba de los bloques Y. El tratamiento térmico de homogeneización de las probetas con microestructura de colada consistió en un recocido a 1.323 K durante 1 h, seguido de enfriamiento en agua. Luego se realizaron los tratamientos de formación de fase sigma, mediante calentamiento de las probetas a 1.053 K durante períodos de tiempo desde 1 hasta 120 h, finalizando cada proceso con enfriamiento en agua; para los fines señalados se utilizó un horno de mufla con variación de temperatura de ± 1 K. La caracterización microestructural cuantitativa de todas las probetas procedió por medio de microscopía de luz (ZEISS-AXIO-TECH) y procesamiento digital de imágenes (KS300). Para estos efectos, las superficies a observar se prepararon mediante técnicas usuales de lijado, para terminar con pulidos sucesivos en alúmina de 5, 0,3 y 0,05 μm . Para revelar la microestructura a rasgos generales, se utilizó un reactivo común de ataque metalográfico, compuesto por alcohol etílico al 95 % (85 ml), ácido clorhídrico al 32 % (10 ml) y ácido nítrico al 65 % (5 ml), lo cual requiere aproximadamente tres minutos de reacción con la superficie de la probeta. Por su parte, tanto la observación de carburos como de fase sigma se logró mediante aplicación de los reactivos de Murakami y Emmanuel respectivamente^[17 y 18]; la coloración de las partículas de fase sigma es muy sensible a pequeñas variaciones en la temperatura del reactivo de ataque, su concentración y rápida degradación.

2.3. Difracción de rayos X

La identificación estructural de las fases componentes hizo uso de técnicas de difracción de rayos X aplicadas sobre agregados policristalinos. Se utilizó un difractómetro SIEMENS D5000 equipado con monocromador de grafito para el haz difractado, radiación K-alfa de cobre ($\lambda = 0,15406$ nm, 40 kV, 30 mA), rendija de divergencia de 1 mm, rendija de dispersión de 1 mm y rendija receptora de 0,1 mm, geometría de Bragg-Brentano, y modalidad de barrido θ - θ ; el intervalo de barrido en 2θ para efectos de identificación se fijó en 30-85°, con un paso de 0,02° y tiempo de medición de 1 s, mientras que para fines de determinación cuantitativa de fases, fue de 25-120°, paso de 0,02° y tiempo de medición de 20 s. El instrumento operó bajo el sistema de programas DIFFRAC-Plus para adquisición y procesamiento de los datos experimentales. La determinación cuantitativa de las fases componentes se efectuó mediante el método de Rietveld^[19 y 20], el cual procesa el difractograma completo de la muestra, comparando los datos experimentales de intensidades de difracción de rayos X con

aquellos calculados de acuerdo al modelo estructural de las fases componentes en estudio. Para estos efectos, la correspondiente información cristaloquímica se encuentra adecuadamente detallada en la literatura^[21-24]. La fracción en peso (W_p) de cada fase se determina por medio de la siguiente expresión^[25 y 26]:

$$W_p = \frac{S_p(ZMV)_p}{\sum_{i=1}^N S_i(ZMV)_i} \quad (3)$$

donde, p es el valor de i para una fase en particular de los N componentes en la mezcla, S es el factor de escala refinado, ZM es el peso molecular de la celda unitaria y V es el volumen de la celda unitaria.

2.4. Propiedades mecánicas

Con el propósito de validar la influencia de la microestructura de las aleaciones sobre su comportamiento mecánico, con especial consideración del contenido relativo de fase sigma, se efectuó una serie de ensayos sobre las muestras para determinar algunas propiedades seleccionadas, tales como dureza, tenacidad y respuesta a la tracción. Para estos efectos se utilizó una máquina universal de tracción (TINIUS OLSEN) y un péndulo de Charpy (TINIUS OLSEN), los cuales fueron operados de acuerdo a las normas ASTM E-8M-88 (probeta con 6 mm de diámetro en zona central, uso de extensómetro) y E-23 (probeta con 1 cm² de sección, sin entalla), respectivamente. La dureza se midió en cifras Rockwell B (EMCO TEST) con esfera de acero de 1/16" y 100 kg de carga. Los ensayos de tracción se efectuaron con tres probetas por punto y los de Charpy con cinco probetas, mientras que la determinación de dureza consideró diez mediciones por punto. Todas las pruebas se llevaron a cabo a temperatura ambiente. Aunque los valores informados representan una media, no se han insertado barras de error en las correspondientes figuras, para no alterar su claridad. Finalmente, se realizaron observaciones de las superficies de fractura mediante microscopía electrónica de barrido (JEOL 5410).

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1. Microestructura

Las probetas se sometieron a difracción de rayos X con el propósito de asegurar la identificación estructural

de las fases componentes en cada una de ellas. De este modo, en las microestructuras de colada se detectó la presencia de ferrita, austenita, carburo del tipo Cr_{23}C_6 y, en menores cantidades relativas, carburo del tipo $(\text{Fe,Cr})_7\text{C}_3$; a pesar de que la posibilidad de formación de este carburo es baja, los autores han logrado obtenerlo en trabajos anteriores, mediante solidificación y composición química controlada de las aleaciones en estudio^[27]. En el mismo trabajo se realizaron experimentos exitosos para lograr la disolución de tales carburos a las temperaturas en estudio. Las probetas tratadas térmicamente originaron resultados similares en lo referente a las fases ya mencionadas, además de confirmar la presencia de fase sigma, lograda mediante el recocido de cada muestra. Las figuras 3 y 4 presentan los diagramas de difracción de las aleaciones HC y HD, respectivamente, después de ser sometidas a tratamiento de inducción de fase sigma durante 24 h; se comprueba la identificación del compuesto, lo cual se indica mediante el símbolo σ sobre la señal de mayor intensidad de dicha fase.

La observación metalográfica efectuada sobre las aleaciones originales y sobre las muestras tratadas térmicamente para inducción de la fase sigma, reveló las microestructuras que se ilustran en las figuras 5 a 9, como representativas de la evolución microestructural del conjunto total de muestras. Las fases componentes se indican sobre cada micrografía con

los símbolos α , para ferrita, γ , para austenita, σ y Cr_{23}C_6 , para el carburo de cromo.

En primer lugar, la figura 5 a) destaca la microestructura de colada del acero grado HC, caracterizada por una matriz ferrítica o fondo gris continuo, sobre el cual se distribuyen zonas irregulares más claras, correspondientes a la fase austenítica. Los carburos de cromo, identificados por medio de difracción de rayos X como compuestos mayoritariamente del tipo Cr_{26}C_3 , han precipitado, preferentemente, en los dominios de austenita, formando eutécticos laminares con aquella fase. Similares características microestructurales se encuentran en el acero original grado HD, como se puede apreciar en la figura 5 b). La morfología eutéctica señalada no influye por sí sola en la cinética de precipitación de fase sigma. Sin embargo, la disolución de los carburos metálicos en la austenita, durante el proceso de recocido para la formación de la fase sigma, libera cromo, el cual se disuelve en la fase ferrítica, facilitando la formación de dicha fase. Las características morfológicas de la precipitación de la fase sigma se exhiben en las figuras siguientes.

La figura 6 a) destaca la precipitación inicial de esta fase en una muestra de acero HC tratado térmicamente, donde se manifiesta una distribución masiva de partículas muy finas del compuesto, que se presenta en tonos azulados a lo largo de los bordes de grano entre la matriz ferrítica y las zonas aisladas, de austenita con morfología irregular. Las característi-

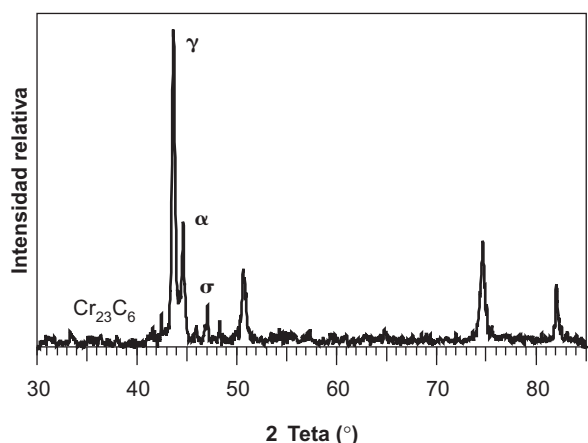


Figura 3. Diagrama de difracción de rayos X del acero grado HC sometido a recocido a 1.053 K durante 24 h. Las fases identificadas se indican sobre los picos de mayor intensidad.

Figure 3. X-ray diffraction pattern of HC-grade steel subjected to annealing at 1,053 K or 24 h. The identified phases are labelled on the highest intensity peaks.

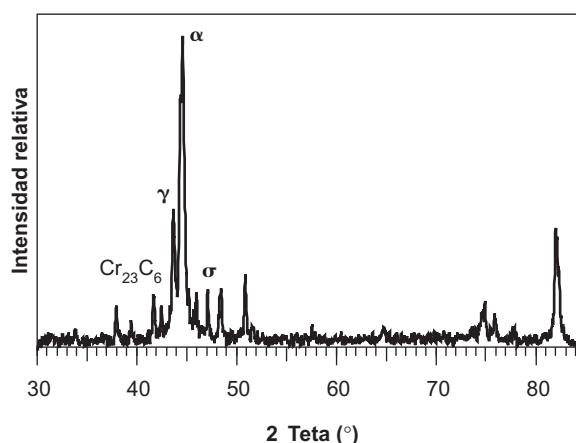


Figura 4. Diagrama de difracción de rayos X del acero grado HD sometido a recocido a 1.053 K durante 24 h. Las fases identificadas se indican sobre los picos de mayor intensidad.

Figure 4. X-ray diffraction pattern of HD-grade steel subjected to annealing at 1,053 K for 24 h. The identified phases are labelled on the highest intensity peaks.

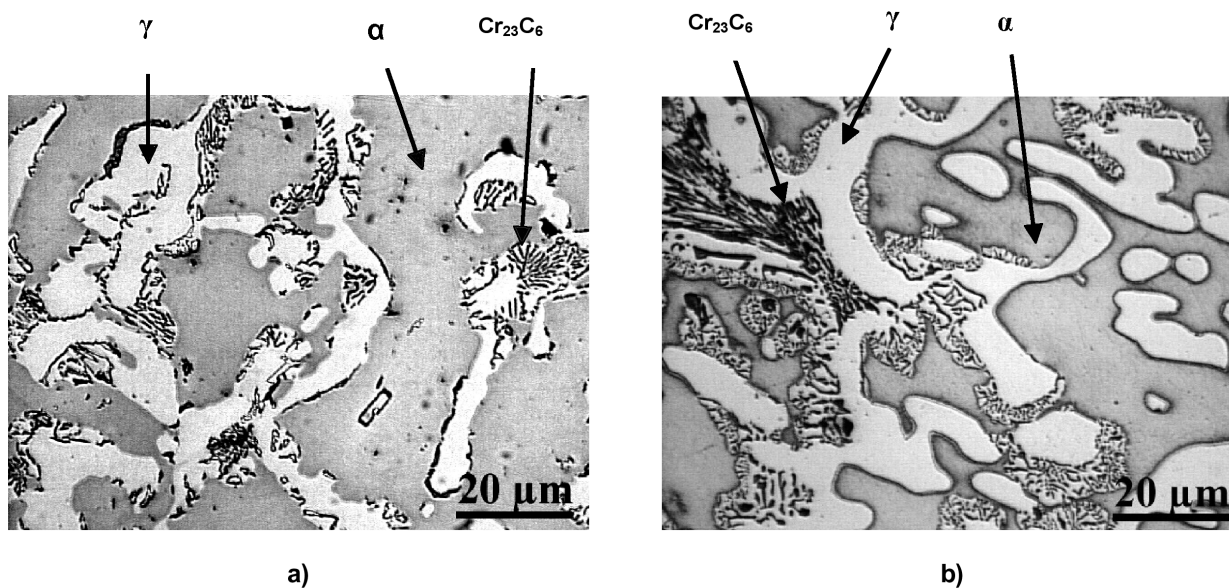


Figura 5. Microestructura de colada de las aleaciones originales. a) Acero grado HC. b) Acero grado HD.

Figure 5. As-cast microstructure of parent alloys, a) HC-grade steel. b) HD-grade steel.

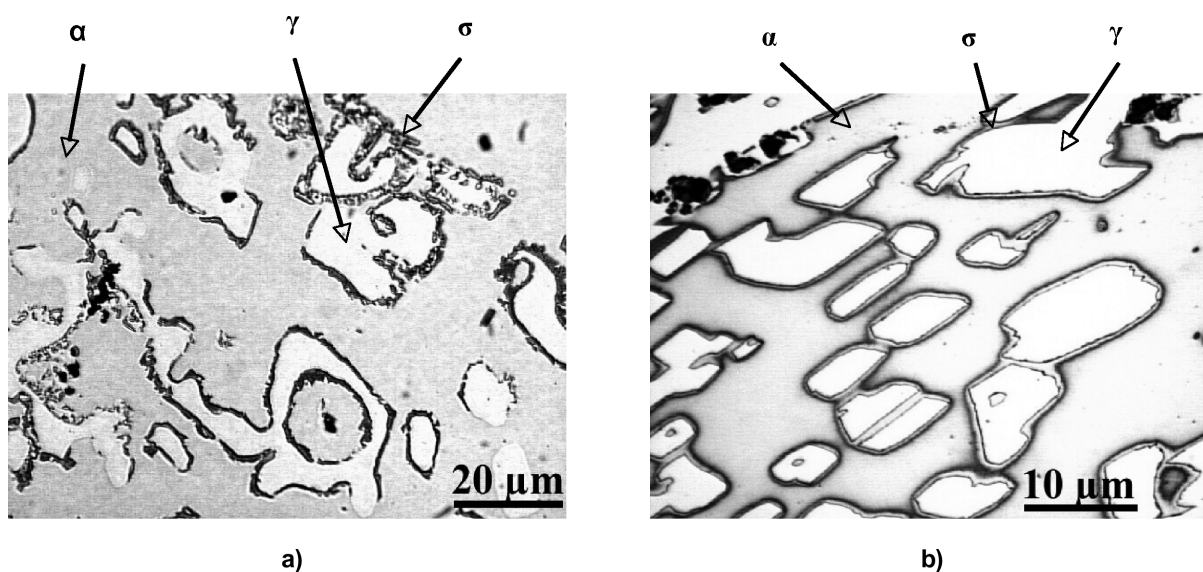


Figura 6. Microestructura de las aleaciones con recocido a 1.053 K durante 2 h. a) Acero grado HC. b) Acero grado HD.

Figure 6. Microstructure of alloys annealed at 1053 K for 2 hours. a) HC-grade steel. b) HD-grade steel.

cas de formación inicial de la fase sigma en el acero HD tratado térmicamente se presentan en la figura 6 b), donde el precipitado aparece ahora con tonos verdosos, rodeando completamente los granos de austenita. Las áreas seleccionadas para la observación específica de este fenómeno se encuentran prácticamente libres de carburos, los cuales aparecen en otras zonas de la probeta. Similarmente al caso anterior, el fondo más oscuro corresponde a la fase ferrítica.

Las figuras 7 a) y b) corresponden a los aceros HC y HD, respectivamente, cuando han transcurrido 12 h del proceso de recocido a 1.053 K. En la figura 7 a) se puede apreciar con buen detalle un grano central de austenita en medio de dos granos laterales de ferrita, ligeramente más oscuros. La precipitación de finas partículas de fase sigma ocurre, nuevamente, a lo largo de los bordes de grano mencionados, con una combinación de tonalidades verde y marrón. Debido al

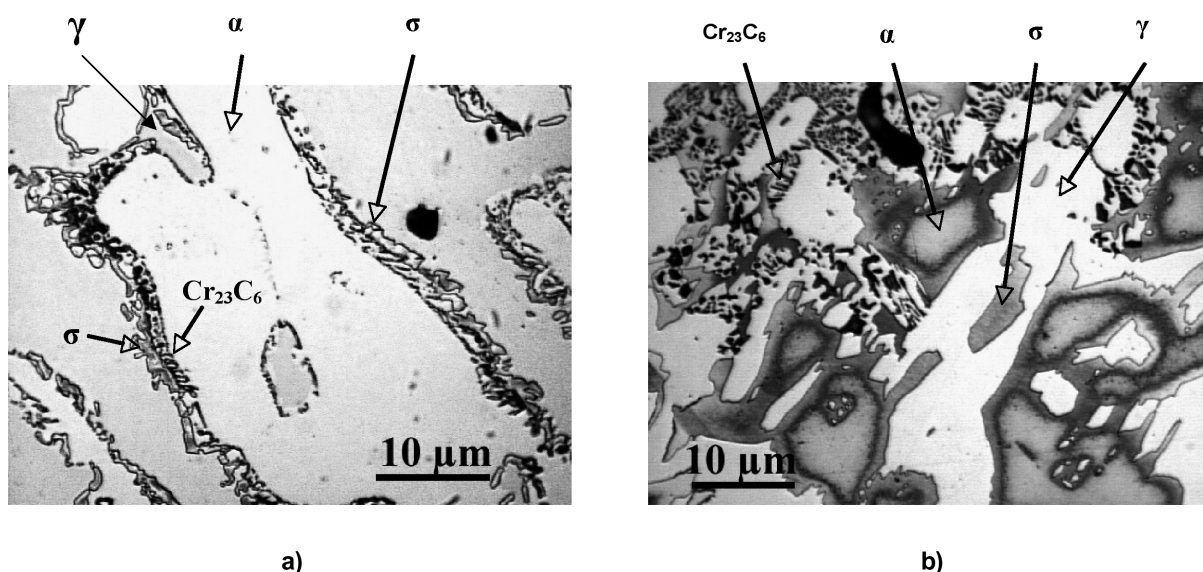


Figura 7. Microestructura de las aleaciones con recocido a 1.053 K durante 12 h. a) Acero grado HC. b) Acero grado HD.

Figure 7. Microstructure of alloys annealed at 1,053 K for 12 h. a) HC-grade steel. b) HD-grade steel.

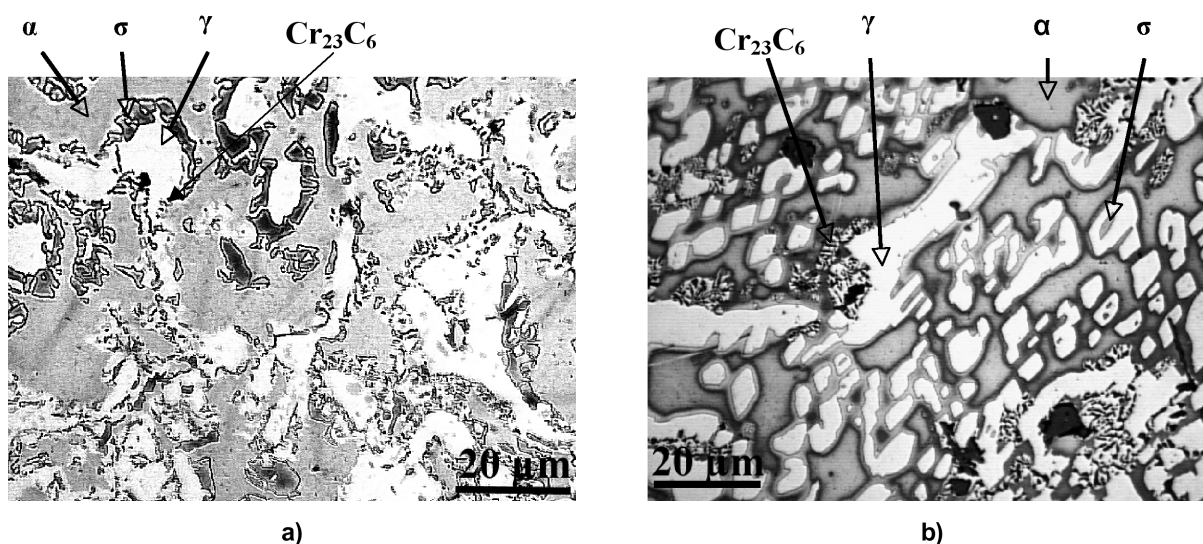


Figura 8. Microestructura de las aleaciones con recocido a 1.053 K durante 24 h. a) Acero grado HC. b) Acero grado HD.

Figure 8. Microstructure of alloys annealed at 1,053 K for 24 h. a) HC-grade steel. b) HD-grade steel.

mayor tiempo de recocido, la fase sigma comienza también a formarse a alguna distancia del borde de grano. En la figura 7 b) se destaca la formación de esta fase en los bordes de los granos de austenita, observándose, además, precipitación en su interior, lo que indica que, en esas zonas, existieron inicialmente pequeños granos de ferrita, ya que el tiempo necesario para la formación de la fase sigma a partir de la austenita es, normalmente, muy alto. La micro-

grafía muestra también una distribución de carburos, en su mayor parte de forma vermicular.

La figura 8 a) muestra la formación de esta fase en el acero HC, al cabo de 24 h de tratamiento térmico. En este caso, se presenta, inconfundiblemente, como partículas azuladas de mayor volumen relativo, rodeando a los granos irregulares de austenita, y también en el seno de la ferrita. Este hecho indica que la nucleación se extiende hacia el interior de la fase ferrítica

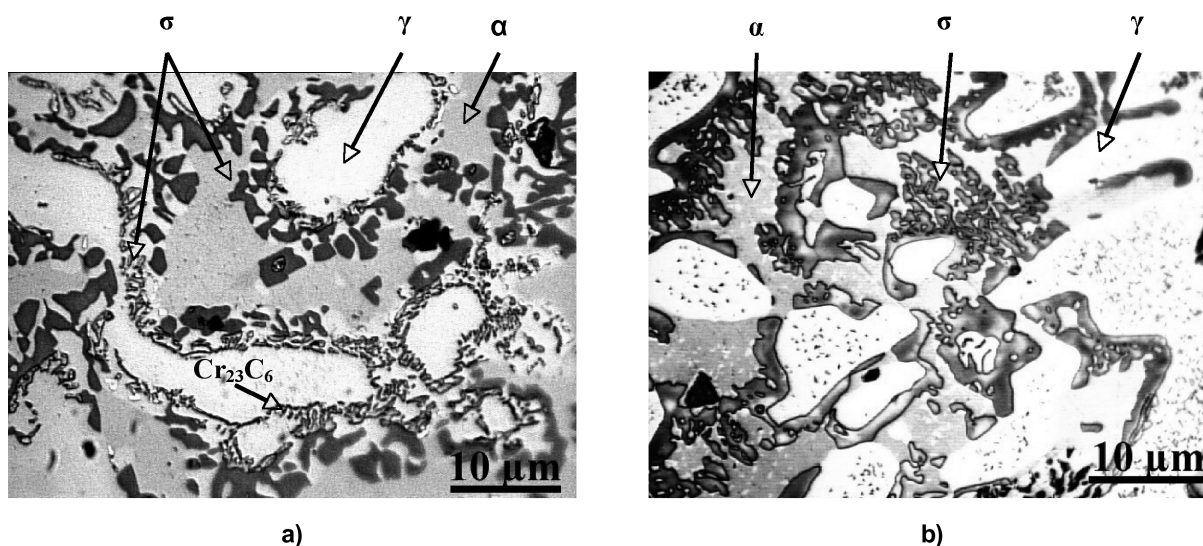


Figura 9. Microestructura de las aleaciones con recocido a 1.053 K durante 48 h. a) Acero grado HC. b) Acero grado HD.

Figure 9. Microstructure of alloys annealed at 1053 K for 48 hours. a) HC-grade steel. b) HD-grade steel.

cuando aumenta el tiempo de tratamiento. La formación de la fase sigma en el acero HD tratado térmicamente durante 24 h se detalla gráficamente en la figura 8 b), donde nuevamente se comprueba una distribución del compuesto alrededor de los granos de austenita. De manera similar a lo descrito en la figura 7 b), muchos granos de austenita contienen la fase sigma en su interior, lo cual obedece al mismo mecanismo explicado anteriormente. La microestructura revela, también, algunas zonas de eutéctico residual, de forma vermiculada, formado por carburo de cromo y austenita, en proceso de desintegración y disolución a la temperatura de recocido seleccionada.

Las figuras 9 a) y b) ilustran, finalmente, la microestructura de los aceros HC y HD respectivamente, después de haber sido expuestos a la temperatura de recocido durante 48 h. En ambos casos, se observa una distribución masiva de partículas de fase sigma, de mayor tamaño relativo, tanto en el interior de la matriz de ferrita como en las zonas alrededor de los granos de austenita. Dadas las condiciones del ataque metalográfico practicado sobre la probeta HC, la fase sigma se muestra en tonos verdosos cuando precipita en zonas cercanas a los bordes de grano entre austenita y la ferrita, mientras que las partículas formadas en el seno de la matriz ferrítica adoptan una tonalidad marrón. Por su parte, la probeta correspondiente al acero HD exhibe casi homogéneamente un tono verdoso. Aunque este comportamiento cromático ayuda a la caracterización microestructural de la fase sigma, su ocurrencia es aparentemente alea-

toria, dependiendo de la naturaleza físico-química del proceso de ataque metalográfico.

Los resultados de la determinación cuantitativa de la fase sigma en términos del tiempo de tratamiento de cada probeta, se incluyen en la figura 10 para ambos tipos de materiales. El comportamiento de las curvas se puede asociar al conocido mecanismo de Jonson-Mehl-Avrami, establecido para un proceso de nucleación y crecimiento controlado por difusión^[28]. El fenómeno alcanzó, asintóticamente, valores relativos de la fase sigma de aproximadamente 25 y 55 % (vol) para las aleaciones HC y HD, respectivamente.

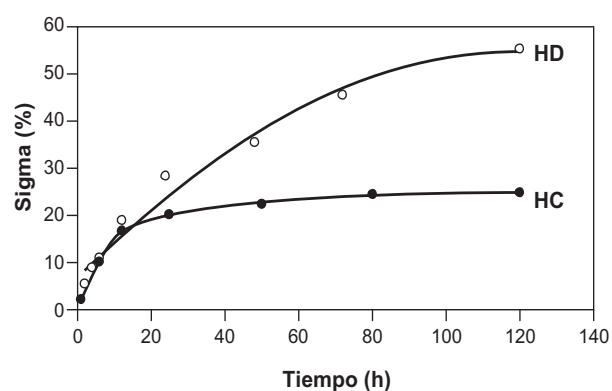


Figura 10. Cantidad relativa de fase sigma en términos del tiempo de recocido a 1.053 K.

Figure 10. Relative amount of sigma-phase versus annealing time at 1,053 K.

te, al cabo de 120 h de tratamiento a 1.053 K. El mayor contenido relativo de fase sigma en la aleación HD se puede atribuir a la mayor disponibilidad de cromo en la fase ferrítica para formar el compuesto, lo cual se produce como consecuencia de aumentar el contenido de níquel en la fase austenítica, transfiriendo parte del cromo hacia la ferrita. Para efectos de modelación de las curvas bajo los resultados experimentales, se consideró la forma general de la ecuación de Avrami como:

$$X_{\sigma} = 1 - \exp(-kt^n) \quad (4)$$

siendo, k y n constantes propias de cada material y proceso. Para las aleaciones en estudio, los parámetros obtenidos se encuentran en la tabla II, de donde

Table II. Parámetros de Jonson-Mehl-Avramia la temperatura de 1.053 K (tiempo en horas)

Table II. Jonson-Mehl-Avrami' parameters at 1,053 K(time in hours)

Acero	k	n
HC	0,168	0,718
HD	0,049	0,834

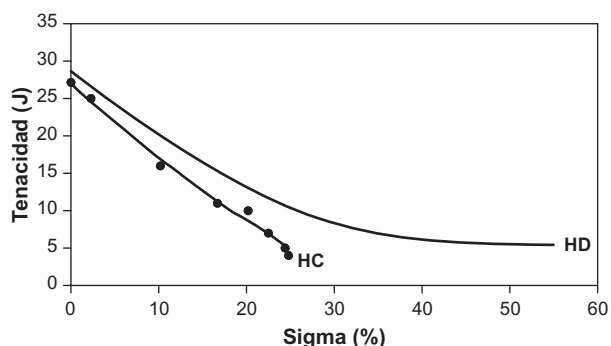


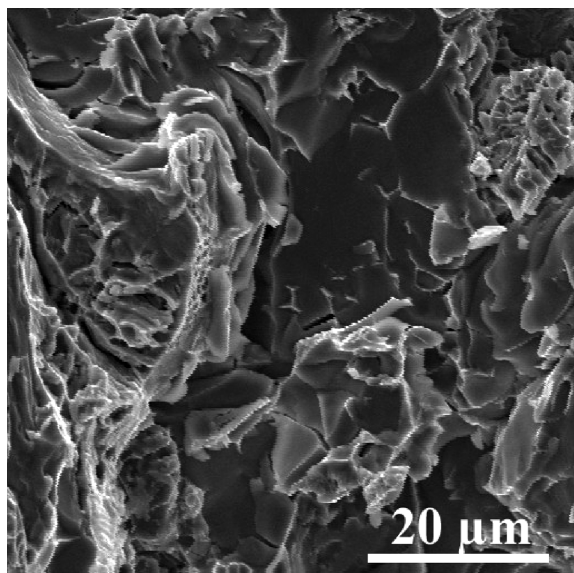
Figura 11. Tenacidad en términos de la cantidad relativa de fase sigma.

Figure 11. Toughness versus relative amount of sigma-phase.

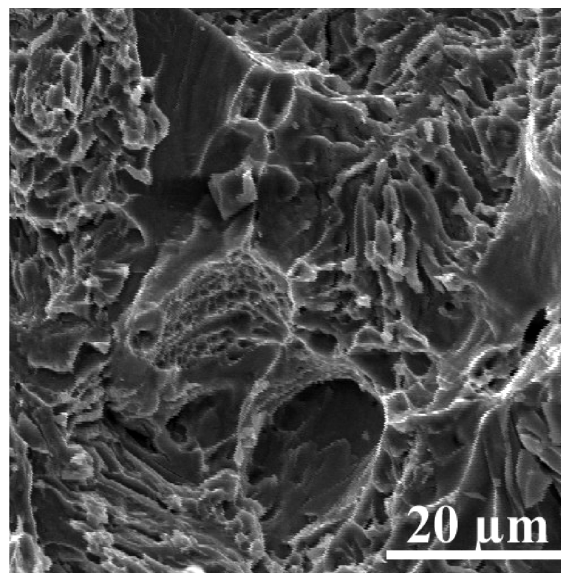
se puede inferir que los exponentes de tiempo tienen valores comparables, en tanto que las constantes k muestran una mayor diferencia numérica, de acuerdo a las consideraciones mencionadas anteriormente.

3.2. Comportamiento mecánico

La influencia del contenido relativo de fase sigma sobre el comportamiento mecánico de las aleaciones en estudio, se ilustra en las figuras 11 a 16, en térmi-



a)



b)

Figura 12. Micrografía electrónica de barrido de las superficies de fractura causadas por el ensayo de Charpy. a) Acero grado HC. b) Acero grado HD.

Figure 12. Scanning electron micrograph of the fracture surfaces after Charpy test. a) HC-grade steel. b) HD-grade steel.

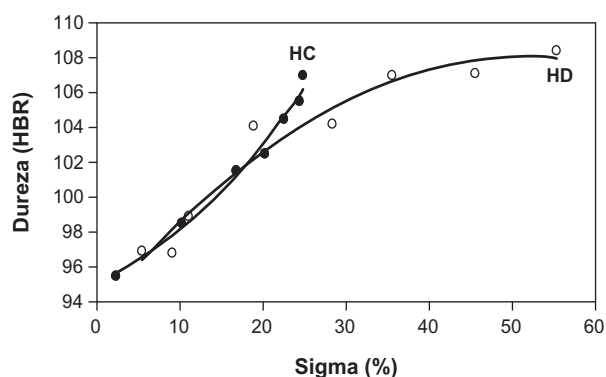


Figura 13. Dureza en función de la cantidad relativa de fase sigma.

Figure 13. Hardness versus relative amount of sigma-phase.

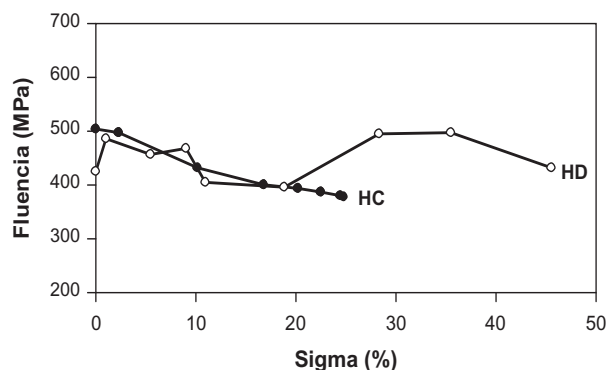


Figura 14. Limite de fluencia (0,2 %) en términos de la cantidad relativa de fase sigma.

Figure 14. Yielding point (0,2 %) versus relative amount of sigma-phase.

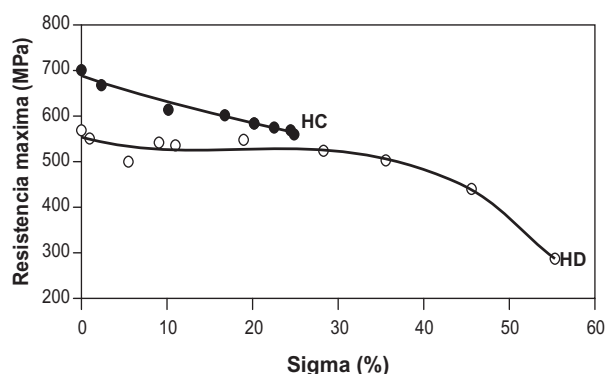


Figura 15. Resistencia máxima a la tracción en términos de la cantidad relativa de fase Sigma.

Figure 15. Ultimate tensile strength versus relative amount of sigma-phase.

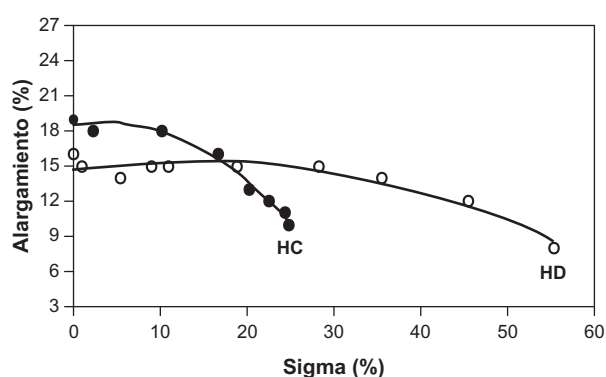


Figura 16. Alargamiento (rotura) en función de la cantidad relativa de fase sigma.

Figure 16. Elongation (fracture) versus relative amount of sigma-phase.

nos de algunas propiedades de mayor interés seleccionadas en esta investigación. El efecto de la fase sigma sobre las propiedades mecánicas se manifiesta con la mayor intensidad en la tenacidad de las aleaciones, la cual experimenta una drástica caída. La tenacidad se reduce, en ambos casos, a valores mínimos similares, correspondientes a cada límite de saturación de fase sigma. De acuerdo a las figuras presentadas anteriormente, la fase cristaliza inicialmente entre los granos de austenita y la matriz ferrítica, desarrollando una distribución masiva de partículas alrededor de los granos de austenita, y causando fallos de cohesión microestructural. En consecuencia, se facilita el fenómeno de fractura intergranular del material. Cuando aumenta la presencia de fase sigma, la nucleación se extiende al seno de la matriz ferrítica, originando, así, fractura de tipo intragranular (clivaje).

En la figura 12 se muestra la superficie de fractura causada por el ensayo de impacto sobre dos probetas geoméricamente iguales, con similares contenidos medios de fase sigma (aproximadamente, 20 %). En la figura 12 a), correspondiente al acero HC, se puede observar un efecto combinado de fractura intergranular, clivaje y algún vestigio de fractura dúctil. En la figura 12 b), correspondiente al material HD, se pueden apreciar características similares, donde la componente de fractura dúctil es ligeramente mayor, debido a la mejor tenacidad que el contenido de níquel le imprime a la aleación.

La dureza de las aleaciones en términos del contenido relativo de fase sigma, se representa en la figura 13, donde se puede apreciar que se alcanzan valores similares en los puntos de saturación del compuesto intermetálico. Este comportamiento es consecuencia directa de la distribución de una fase

de alta dureza en la microestructura; en el caso del material HD, la mayor concentración de sigma es compensada por una mayor cantidad relativa de austenita, lo cual resulta en valores de dureza comparables en el punto de saturación de sigma.

Finalmente, los resultados de los ensayos de tracción de ambos materiales, en función del contenido relativo de fase sigma, se ilustran en las figuras 14, 15 y 16, en términos del límite de fluencia (0,2 % def. permanente), resistencia máxima a la tracción y alargamiento a rotura. En términos generales, el aumento de sigma en la microestructura de ambas aleaciones disminuye la cohesión intergranular, causando, así, un deterioro de las propiedades en consideración. La dispersión de los puntos experimentales debe su origen a los defectos de fundición de las piezas estudiadas, consistentes, principalmente, en microporosidades originadas por la presencia de gases remanentes en la matriz metálica, e inclusiones no metálicas.

4. CONCLUSIONES

Los resultados del presente trabajo permiten esclarecer las características microestructurales de la formación de fase sigma y su influencia sobre el comportamiento mecánico de dos aceros resistentes al calor, tipo HC y HD, al ser sometidos a recocidos, a 1.053 K durante varios períodos de tiempo. El fenómeno de formación de la fase sigma ocurre, claramente, a temperaturas alrededor de 1.053 K, aumentando la cantidad relativa del compuesto con el tiempo de tratamiento térmico hasta alcanzar valores cercanos a la saturación, después de 120 h de calentamiento. La fase se forma, inicialmente, por nucleación y crecimiento, con distribución masiva en bordes de grano entre las zonas de austenita y la matriz ferrítica para, después, avanzar hacia el dominio ferrítico. Durante una segunda etapa, las partículas de sigma se forman por medio de nucleación masiva y crecimiento en el seno de la matriz ferrítica. Por su parte, los carburos de Cr y Fe-Cr experimentan una disolución paulatina conforme aumenta el tiempo de tratamiento a la temperatura de recocido. En lo referente a la influencia del tamaño de las partículas sigma sobre las propiedades mecánicas, cabe señalar que el parámetro independiente usado en este estudio fue la concentración volumétrica de la fase sigma. Este parámetro es, en consecuencia, una combinación del tamaño de partícula con el número de ellas por unidad de volumen, lo cual no permitió la determinación de dicha influencia. Las principales propiedades mecánicas de ambos materiales, determinadas a temperatura ambiente, siguen una relación lógica con el contenido de fase sigma. Esto es, a

mayor presencia relativa de la fase, la tenacidad y el alargamiento disminuyen fuertemente, a la vez que se manifiesta un incremento moderado de la dureza. El comportamiento de los materiales en fractura indica un mecanismo combinado dúctil-frágil que aumenta su carácter de fragilidad a mayores contenidos relativos de sigma. Se espera que los conocimientos generados en este trabajo signifiquen un aporte a la selección de materiales para aplicaciones de ingeniería.

Agradecimientos

Los autores expresan sus agradecimientos a la Universidad de Santiago de Chile (USACH) y al Fondo Nacional de Desarrollo de la Investigación Científica y Tecnológica (FONDECYT), Proyecto 1050022, por el importante apoyo institucional y financiero otorgado para la realización del presente trabajo. De igual forma, se reconoce el apoyo técnico prestado por las Sras. Alicia Duran C. y Gladys Olivares R. y por el Sr. Felipe Jiménez.

REFERENCIAS

- [1] J.R. Davis, *Heat-Resistant Materials*, Ed. ASM International, Metals Park, EE. UU., 1997.
- [2] J.R. Davis, *Stainless Steels*, Ed. ASM International, Metals Park, EE. UU., 1994.
- [3] P.F. Wiefer, *Steel Casting Handbook*, Ed. Steel Founders' Society of America, Rocky River, EE. UU., 1980.
- [4] W. Rhode, *Stahl Eisen* 114 (1994) 95-97.
- [5] H. Baker, *Alloy Phase Diagrams*, Ed. ASM International, Metals Park, EE. UU., 1994.
- [6] E. Kalinushkin, V. Kugurov, V. Kovalenko, D. Nikulchev e I. Brusko, *Steel USSR* 22 (1992) 39-42.
- [7] B. Sasmal, *Metall. Mater. Trans.* 30 A (1999) 2.791-2.801.
- [8] R.N. Gunn, *Duplex Stainless Steels*, Ed. Abington Publishing, Cambridge, Inglaterra, 1997, pp. 14-23.
- [9] J. Sopousek y T. Kruml, *Scr. Mater.* 35 (1996) 689-693.
- [10] A.K. Sinha, *Prog. Mater. Sci.* 15 (1972) 104-109.
- [11] C.C. Tseng, Y. Shen, S. Thompson, M. Mataya y G. Krauss, *Metall. Mater. Trans.* 25 A (1994) 1.147-1.158.
- [12] W. Steinkush, *Mater. Corros.* 49 (1998) 69-87.
- [13] N. Lopez, M. Cid y M. Puiggali, *Corros. Sci.* 41 (1999) 1.615-1.631.

- [14] O. Coreño-Alonso, A. Duffus-Scott, C. Zánchez-Conejo, J. Coreño-Alonso, F. Sánchez-de Jesús y A. Bolarín-Miró, *Mater. Chem. Phys.* 84 (2004) 20-28.
- [15] H. Sieurin y R. Sandstrom, *Mater. Sci. Eng.* 444 A (2007) 271-276.
- [16] J. Still, *Weld. J.* 78 (1999) 61-87.
- [17] G. Petzow, *Metallographic Etching*, Ed. ASM International, Metals Park, EE. UU., 1999.
- [18] G.F. Vander Voort, *Metallography and Microstructures*, Ed. ASM International, Metals Park, EE. UU., 2004.
- [19] R.A. Young, *The Rietveld Method*, Ed. Oxford University Press, Oxford, Inglaterra, 1996.
- [20] L.B. McCusker, R.B. Von Dreele, D.E. Cox, D. Louër y P. Scardi, *J. Appl. Crystallogr.* 32 (1999) 36-50.
- [21] H.L. Yakel, *Acta Crystallogr.* B39 (1983) 20-28.
- [22] H.L. Yakel, *Acta Crystallogr.* B39 (1983) 28-33.
- [23] A.L. Bowman, G.P. Arnold, E.K. Storms y N.G. Nereson, *Acta Crystallogr.* B28 (1972) 3102-3103.
- [24] M.A. Rouault, *Ann. Chim. - Sci. Mat.* 5 (1970) 461-470.
- [25] D.L. Bish y S.A. Howard, *J. Appl. Crystallogr.* 21 (1988) 86-91.
- [26] C.J. Hill, *Powder Diffr.* 6 (1991) 74-77.
- [27] G. Restrepo, J. Lecoze, J. Garin y R. Mannheim, *Scr. Mater.* 50 (2004) 651-654.
- [28] R.W. Cahn y P. Haasen, *Physical Metallurgy*, Ed. North Holland, Amsterdam, Holanda, 199.