



UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA CIVIL DE



**ESTUDIO DE LA FORMACION DE LA FASE LAVES EN SISTEMAS FE-CR-X-NI-AL
(X=NB, TI O MO): MODELACION COMPUTACIONAL Y CARACTERIZACION
MICROESTRUCTURAL.**

POR

Fernando Benjamín Thiele Guerrero

Memoria de Título presentada a la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Concepción para optar
al título profesional de Ingeniero Civil de Materiales.

Profesores Guía

Dr. Juan Pablo Sanhueza Araya

Dr. David Rojas Jara

Ingeniero Supervisor

Diego Nicolas Wackerling

Enero 2023

Concepción (Chile)

©2023 Fernando Benjamín Thiele Guerrero.

Ninguna parte de esta tesis puede reproducirse o transmitirse bajo ninguna forma o por ningún medio o procedimiento, sin permiso por escrito del autor.

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento.

Resumen

La presente memoria de título investigó las características principales de la fase Laves y su relevancia como precipitado en aceros resistentes a la termofluencia. Se analizó el impacto de los elementos aleantes y la temperatura en la formación de esta fase, además, se diseñaron tres aleaciones ferríticas inoxidables (Fe-Cr-X-Ni-Al, donde X representa Nb, Ti y Mo) con el objetivo de obtener precipitados de fase Laves para su posterior estudio. Para este propósito, se utilizó el software ThermoCalc para crear diagramas de fases de estos sistemas. Estos diagramas fueron fundamentales para determinar los tratamientos térmicos necesarios y también contribuyeron al análisis de los resultados obtenidos.

Las aleaciones se produjeron en un horno de inducción con atmósfera controlada, seguido de un proceso de laminado en caliente y solubilizado para homogeneizar la microestructura. A continuación, se llevaron a cabo tratamientos térmicos de recocido durante 2 y 4 horas para favorecer la precipitación de la fase Laves. Las muestras resultantes se caracterizaron mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

Los resultados mostraron la formación exitosa de precipitados de fase Laves en aleaciones con Nb y Ti, coincidiendo con las predicciones computacionales. También se predijeron correctamente otros precipitados ricos en aluminio y carburos, evidenciando la eficacia de los tratamientos térmicos para mejorar la microestructura. Sin embargo, en la aleación con Mo, los tratamientos térmicos no fueron suficientes para inducir la formación de la fase Laves debido a una menor fuerza impulsora. Así, este estudio profundizó en el papel de los elementos aleantes en la precipitación de la fase Laves en aceros ferríticos inoxidables, respaldando las predicciones teóricas y demostrando la efectividad de los tratamientos térmicos en el control de la microestructura.

Nomenclatura y abreviaciones

r_A : Radio atómico de A en AB_2 .

r_B : Radio atómico de B en AB_2 .

τ_{Orowan} : Esfuerzo de Orowan.

G: Módulo de cizalle.

b: Vector de Burger.

l: Distancia entre precipitados.

ΔG : Energía libre de Gibbs.

V: Volumen.

A: área de interfaz.

ΔG_V : Cambio en la energía de Gibbs producido por la creación de un volumen V.

α/β : Interfaz entre fases α y β .

$A\gamma$: energía de interfaz.

ΔG_S : Cambio de energía libre de Gibbs por deformación elástica en la malla.

ΔG_d : Cambio de energía libre de Gibbs producto de destrucción de defecto cristalino.

μ : Potencial químico.

X: Composición.

ΔG_n : Fuerza impulsora para la nucleación por mol.

V_m : volumen molar.

r^* : Radio crítico.

ΔG^* : Energía de activación.

J: Velocidad de nucleación.

Z: Factor de zeldovich.

ϵ : Velocidad a la que los átomos se adhieren hacia el núcleo crítico

N_0 : número de sitios de nucleación por unidad de volumen.

k: constante de Boltzmann.

T: temperatura.

D: coeficiente de difusión intersticial.

D_i : coeficiente de difusión en la matriz.

$x_i^{\beta/a}$: Fracción molar del elemento i en el precipitado en la matriz.

$x_i^{\alpha/\beta}$: Fracción molar del elemento i en el precipitado respectivamente.

ΔG^* : barrera energética de la nucleación.

R^*_{KBT} : Radio al cual los precipitados estables nuclean.

v: Tasa de crecimiento.

C_β : Concentración de soluto en el precipitado.

C_0 : Concentración de soluto en el borde.

C_e : Concentración de equilibrio.

x: grosor del precipitado.

d(t): tamaño de partícula en el instante t.

d_0 : Tamaño inicial de la partícula.

K_p : Constante de engrosamiento.

G^α : la energía de Gibbs molar total de la fase α

$^{srf}G_\alpha$: Energía libre de superficie de la fase α con relación a las otras fases presentes.

$^{cfg}G_\alpha$: Energía de configuración de la solución.

$^{mgm}G_\alpha$: Contribución magnética a la energía de Gibbs.

$^E G_\alpha$: Exceso de energía de Gibbs.

G_i^α : Energía de Gibbs del elemento i relativa.

x_i : Fracción molar del componente i.

L_{ij} : Parámetro de interacción.

BCC: Estructura cristalina cubica centrada en el cuerpo.

FCC: Estructura cristalina cubica centrada en las caras.

y_A^1 : Fracción molar del componente A en la subred 1.

y_A^2 : Fracción molar del componente A en la subred 2.

y_B^1 : Fracción molar del componente B en la subred 1.

y_B^2 : Fracción molar del componente B en la subred 2.

$G_{i,j}^0$: Energía de Gibbs para las componentes en las periferias.

φ : Distribución de densidad numérica de los precipitados.

S: Nucleación para la distribución de densidad numérica de precipitados.

f_v^{Laves} : Fracción volumétrica de fase laves.

n: Factor de orden.

θ : Ángulo entre el haz incidente y la superficie.

d: Distancia interplanar.

λ : longitud de onda de haz incidente.

Índice

Resumen	i
Nomenclatura y abreviaciones	ii
Índice de Figuras	vi
Índice de tablas	ix
1. Introducción	1
2. Objetivos	3
2.1. Objetivo general	3
2.2. Objetivos específicos	3
3. Estado del arte	4
3.1. Fase Laves	4
3.2 Rol de los elementos aleantes	10
3.3 Tratamientos térmicos y termo-mecánicos	12
3.4 Cinética de precipitación.	13
3.5 Modelación termodinámica.	18
4. Procedimiento experimental	22
4.1 Diseño de las aleaciones	22
4.2 Producción de las aleaciones.	22
4.3 Caracterización de las aleaciones	25
5. Resultados y discusiones	26
5.1 Modelación termodinámica	26
5.2 Producción de aleaciones	35
5.3 Caracterización	37
5.3.1 Aleación FeCrNiAlNb	37
5.3.2 Aleación FeCrNiAlTi	48
5.3.3 Aleación FeCrNiAlMo	54
5.3.4 Caracterización química de precipitados ricos en Niobio y Titanio mediante microscopía electrónica acoplada con detector de electrones retrodispersados.	62
5.3.5 Microdureza	71
6. Conclusiones	73
7. Referencias	76

Índice de Figuras

Figura 1: a) Celda unitaria hexagonal proyectada sobre el plano (0001) para C14 y C36 y sobre (111) para C15, b) Capa simple de átomos pequeños, c) y d) capas triples (17).....	5
Figura 2: Distribución de los átomos A y apilamiento de capas para los politipos C14, C15 y C36 respectivamente (16).....	6
Figura 3: Distribución de los átomos B y apilamiento de capas para los politipos C14, C15 y C36 respectivamente (17).....	6
Figura 4: Diagrama de la relación entre el efecto de endurecimiento por precipitación producido por fase laves su fracción volumétrica.....	9
Figura 5: Representación gráfica del cambio de energía de Gibbs asociada a la formación de un precipitado en función de su radio R (52).	16
Figura 6: Diagrama de fases de 12Cr-2Ni-0.05C-0.4Mn-0.5Si construido por ThermoCalc variando %Nb.	27
Figura 7: Diagrama de fases de 12Cr-2Ni-2Al-2Nb-0.4Mn-0.4Si-0.03N construido por ThermoCalc variando %C.	28
Figura 8: Diagrama de fases 12Cr-0.05C-2Ni-2Al-0.4Mn-0.4Si-0.03N construido por ThermoCalc variando %Ti.	29
Figura 9: Diagrama de fases de 12Cr-2Ni-2Al-2Ti-0.4Mn-0.4Si-0.03N construido por ThermoCalc variando %C.	30
Figura 10: Diagrama de fases de 12Cr-0.05C-2Ni-2Al-0.4Mn-0.4Si-0,03N construido por Thermocalc variando % de Mo.	32
Figura 11: Diagrama de fases de 12Cr-2Ni-2Al-2Mo-0.4Mn-0.4Si-0.03N construido por ThermoCalc variando %C.	32
Figura 12: Microestructura muestra M6 aleación FeCrNiAlNb directa de colada, tamaño medio de grano de 70µm a) aumento 100x b) aumento 500x.	38
Figura 13: Microestructura muestra M3 aleación FeCrNiAlNb posterior a laminación (1130°C, reducción 58% y tiempo de empape 1h) y solubilización a 1300°C (3h), tamaño medio de grano de 311µm, a) aumento 100x b) aumento 500x.	39
Figura 14: Microestructura muestra M11 aleación FeCrNiAlNb posterior a laminación (1130°C, reducción 58% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650°C (2h), tamaño medio de grano de 286µm a) aumento 100x b) aumento 500x.	39
Figura 15: Microestructura muestra M12 aleación FeCrNiAlNb posterior a laminación (1130°C, reducción 58% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650°C (4h), tamaño medio de grano de 322µm a) aumento 100x b) aumento 500x.	40
Figura 16: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido tomada a muestra M6, aleación FeCrNbNiAl sin tratamientos térmicos, b) y c) mapeo de elementos de C y Nb.....	41
Figura 17: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido tomada a muestra M6, aleación FeCrNbNiAl sin tratamientos térmicos, b) y c) y d) mapeo de elementos de Cr, Al y Si.....	42
Figura 18: Imágenes de microscopía electrónica de barrido tomada a muestra M3, Aleación FeCrNbNiAl laminada y solubilizada.	43
Figura 19: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M3, b), c) y d) mapeo de elementos.	43

Figura 20: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M3, b), c) y d) mapeo de elementos.....	44
Figura 21: Imágenes de microscopía electrónica de barrido tomada a muestra M11, Aleación FeCrNbNiAl con recocido de 2 horas.	45
Figura 22: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M11, b), c) y d) mapeo de elementos.....	45
Figura 23: Imágenes de microscopía electrónica de barrido tomada a M12, Aleación FeCrNbNiAl con recocido de 4 horas.....	46
Figura 24: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M12, b), c) y d) mapeo de elementos.....	47
Figura 25: Microestructura muestra M28 aleación FeCrNiAlTi directa de colada, tamaño medio de grano de 160µm a) aumento 100x b) aumento 500x.....	48
Figura 26: Microestructura muestra M18 aleación FeCrNiAlTi posterior a laminación (1130°C, reducción 65% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1200°C (3h), tamaño medio de grano de 410µm, a) aumento 100x, b) aumento 500x.....	49
Figura 27: Microestructura muestra M24 aleación FeCrNiAlTi posterior a laminación (1130°C, reducción 65% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1200°C (3h) y recocido a 650°C (2h), tamaño medio de grano 420µm a) aumento 100x b) aumento 500x.....	50
Figura 28: Microestructura muestra M25 aleación FeCrNiAlTi posterior a laminación (1130°C, reducción 65% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1200°C (3h) y recocido a 650°C (4h), tamaño medio de 445µm, a) aumento 100x, b) aumento 500x.....	50
Figura 29: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido tomada a muestra M28, aleación FeCrTiNiAl sin tratamientos térmicos, b) y c) mapeo de elementos de C y Ti.....	51
Figura 30: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M18, b), c) y d) mapeo de elementos.....	52
Figura 31: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M24, b), c) y d) mapeo de elementos.....	53
Figura 32: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M25, b), c) y d) mapeo de elementos.....	54
Figura 33: Microestructura muestra 42 aleación FeCrNiAlMo directa de colada, tamaño medio de grano de 520µm a) aumento 100x b) aumento 500x.....	55
Figura 34: Microestructura muestra M32 aleación FeCrNiAlMo posterior a laminación (1130°C, reducción 68% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h), tamaño medio de grano de 510µm a) aumento 100x b) aumento 500x.....	56
Figura 35: Microestructura muestra M38 aleación FeCrNiAlMo posterior a laminación (1130°C, reducción 68% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650°C (2h), tamaño medio de grano de 410µm a) aumento 100x b) aumento 500x.....	56
Figura 36: Microestructura muestra M39 aleación FeCrNiAlMo, posterior a laminación (1130°C, reducción 68% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650°C (4h), tamaño medio de grano de 630µm a) aumento 100x b) aumento 500x.....	57
Figura 37: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M42, b), c), d), e), y f) mapeo de elementos.....	58
Figura 38: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M32, b), c), d), e), y f) mapeo de elementos.....	59
Figura 39: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M32, b) mapeo de elementos... 60	60
Figura 40: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M38, b), c) y d) mapeo de elementos.....	60

Figura 41: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M39, b), c) y d) mapeo de elementos.....	61
Figura 42: Micrografía en escala de grises y espectro BSE de precipitado de tamaño medio en muestra M11.....	62
Figura 43: Micrografía en escala de grises y espectro BSE de precipitado de mayor tamaño en muestra M11.....	63
Figura 44: Micrografía en escala de grises y espectro BSE de un precipitado de menor tamaño en muestra M11.....	65
Figura 45: Micrografía en escala de grises y Espectro BSE de precipitado de mayor tamaño en muestra M24.....	67
Figura 46: Micrografía en escala de grises y Espectro BSE de precipitado de menor tamaño en muestra M24.....	68
Figura 47: Imágenes de microscopía electrónica de barrido de todas las muestras estudiadas.	71

Índice de tablas

Tabla 1: Composición objetivo.	22
Tabla 2: Cantidad de cada componente utilizado en la aleación FeCrNiAlNb.	23
Tabla 3: Cantidad de cada componente utilizado en la aleación FeCrTiAlNb.	23
Tabla 4: Cantidad de cada componente utilizado en la aleación FeCrMoNiAl	23
Tabla 5: Estado y denominación de cada muestra para posterior análisis.	24
Tabla 6: Fuerza impulsora, energía de interfaz, composición química y fracción volumétrica de fase laves a 650°C para las aleaciones Fe ₁₂ Cr ₂ Ni ₂ Al ₃ Nb y Fe ₁₂ Cr ₂ Ni ₂ Al ₂ Nb.	29
Tabla 7: Fuerza impulsora, composición química y fracción volumétrica de fase laves a 650°C para las aleaciones 12Cr ₂ Ni ₂ Al ₂ Ti y 12Cr ₂ Ni ₂ Al ₃ Ti.	31
Tabla 8: Fuerza impulsora, composición química y fracción volumétrica de fase laves a 650°C para las aleaciones 12Cr ₂ Ni ₂ Al ₂ Mo y 12Cr ₂ Ni ₂ Al ₃ Mo.	33
Tabla 9: Composición química de la aleación FeCrNiAlNb.	35
Tabla 10: Composición química de la aleación FeCrNiAlTi.	35
Tabla 11: Composición química de la aleación FeCrNiAlMo.	36
Tabla 12: Composición química obtenida mediante BSE de precipitado de tamaño medio en M11. ...	62
Tabla 13: Composición química obtenida mediante BSE de precipitado de tamaño grande en M11. ...	64
Tabla 14: Composición química obtenida mediante BSE en un punto de la matriz en M11.	65
Tabla 15: Composición química obtenida mediante BSE de un precipitado de menor tamaño en M11.	66
Tabla 16: Composición química obtenida mediante BSE de un segundo precipitado de menor tamaño en M11.	65
Tabla 17: Composición química obtenida mediante BSE de un precipitado de mayor tamaño en M24.	67
Tabla 18: Composición química obtenida mediante BSE de un precipitado de menor tamaño en M24.	68
Tabla 19: Composición química obtenida mediante BSE en un punto de la matriz en M24.	69
Tabla 20: Resultados de microdureza Vickers y longitud promedio de indentación para las diferentes aleaciones según el tratamiento térmico.	69

1. Introducción

Los aceros ferríticos altos en cromo son ampliamente utilizados en diversas áreas industriales, tales como la fabricación de vehículos, paneles de ascensores e industria aeroespacial. En particular, se emplean en la fabricación de componentes expuestos a altas temperaturas en la industria energética, como turbinas de vapor, tubos y soportes. Estos aceros se caracterizan por su elevada resistencia mecánica, alta resistencia a la corrosión, resistencia a la termofluencia y bajo costo en comparación con los aceros inoxidables austeníticos (1–3). Sin embargo, a temperaturas superiores a 600°C, que son las condiciones de operación en plantas de energía ultra supercríticas reconocidas por su alta eficiencia y baja emisión de contaminantes, se presenta una inestabilidad en la microestructura de los aceros ferríticos altos en cromo. Esta inestabilidad está estrechamente relacionada con la presencia de precipitados, como la fase Laves, $M_{23}C_6$, fase Z y carbonitruros (4,5). Por lo tanto, existe un gran interés en comprender en detalle la formación y comportamiento de estos precipitados en la microestructura.

Por otra parte, la fase Laves se considera un compuesto intermetálico que contribuye al fortalecimiento por precipitación en aceros ferríticos, especialmente en términos de resistencia a la termofluencia (6), lo cual se le atribuye al alto grado de coincidencia con la estructura cristalina en la matriz ferrítica (7). Sin embargo, su efecto está influenciado por su ubicación, tamaño y fracción volumétrica, ya que puede volverse perjudicial al exceder ciertos límites, es decir, un exceso de precipitados grandes o una concentración excesivamente alta de los mismos podrían debilitar las propiedades mecánicas del material, en lugar de fortalecerlo, comprometiendo su resistencia a la termofluencia. (8). Por lo tanto, la nucleación, el crecimiento y el engrosamiento de las partículas son factores determinantes para la resistencia a la termofluencia.

Considerando que en general el aporte de fase laves al desempeño en alta temperatura es optimizado con una distribución homogénea de partículas finas (9), es conveniente que el acero sea completamente

ferrítico para obtener una matriz de ferrita homogénea supersaturada (10). Así, La motivación para el presente estudio surge del interés en conocer el comportamiento de la formación de la fase laves en aceros altos en cromo de matriz ferrítica. Por otro lado, para modelar las propiedades termodinámicas de cada fase en un sistema multicomponente, se utiliza el método Calphad, el cual se basa en la minimización de la energía libre de Gibbs utilizando una base de datos termodinámicos. De esta manera, se pueden calcular diagramas de fases para sistemas multicomponentes, composiciones y fracciones de equilibrio, lo cual resulta muy útil para el diseño de materiales, considerando el tiempo y el costo requeridos (11).

Sin embargo, para la aplicación práctica del método se requiere del uso de software, en esta investigación se utilizó ThermoCalc para realizar los cálculos de la fuerza impulsora para la formación de la fase Laves en función de la temperatura y composición (presión atmosférica constante) (12,13).

ThermoCalc ha mostrado buenos resultados en estudios previos en sistemas multicomponentes similares al de esta investigación. Igualmente, en otros estudios, se ha desarrollado con éxito el diseño de aleaciones resistentes a la termofluencia mediante la optimización de la combinación de carburos $M_{23}C_6$ con fase Laves para 650°C, 700°C y 750°C (14).

2. Objetivos

2.1. Objetivo general

Estudiar la formación de la fase laves en sistemas Fe-Cr-X-Ni-Al (donde X denota Nb, Ti o Mo) mediante modelación computacional y análisis microestructural.

2.2. Objetivos específicos

- Modelar termodinámicamente la estabilidad de la fase Laves en sistemas Fe-Cr-X-Ni-Al utilizando ThermoCalc (donde X denota Nb, Ti o Mo).
- Producir tres aleaciones mediante horno de inducción en atmosfera controlada del tipo: Fe-Cr-Nb-Ni-Al, Fe-Cr-Ti-Ni-Al, Fe-Cr-Mo-Ni-Al.
- Estudiar microestructuralmente la formación (precipitación) de la fase Laves en sistemas Fe-Cr-X-Ni-Al (donde X denota Nb, Ti o Mo) mediante el uso de microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido.

3. Estado del arte

3.1. Fase Laves

Se denomina fase Laves a un compuesto intermetálico con estequiometría del tipo AB_2 , el cual se encuentra presente en numerosos sistemas, ya que puede ser formada por combinaciones de metales de toda la tabla periódica, sus propiedades varían según su composición, en general, su presencia se considera perjudicial, sin embargo, en ocasiones, puede resultar beneficiosa (15). Considerando fases Laves binarias (AB_2) y ternarias ($A(B,C)_2$) se han observado más de 1400 tipos diferentes (16). Estos intermetálicos pueden cristalizar en distintos politipos, entre ellos, los más observados son los politipos C14, C15 y C36, en los cuales, los átomos A son de mayor tamaño que los átomos B, donde, los átomos A se ubican en los intersticios de la estructura tetraédrica formada por los átomos B(17).

Estos politipos son formados mediante el apilamiento de capas cuádruples compactas, las cuales, a su vez, están formadas por capas triples (t y t', donde t' es la reflexión de t en el plano basal de la celda unitaria) y simples, en la figura 1 se muestran las estructuras atómicas de las capas junto a la celda unitaria hexagonal proyectada en el plano (0001). Existen seis tipos de capas cuádruples compactas dependiendo de los sitios donde se sitúan sus átomos (18).

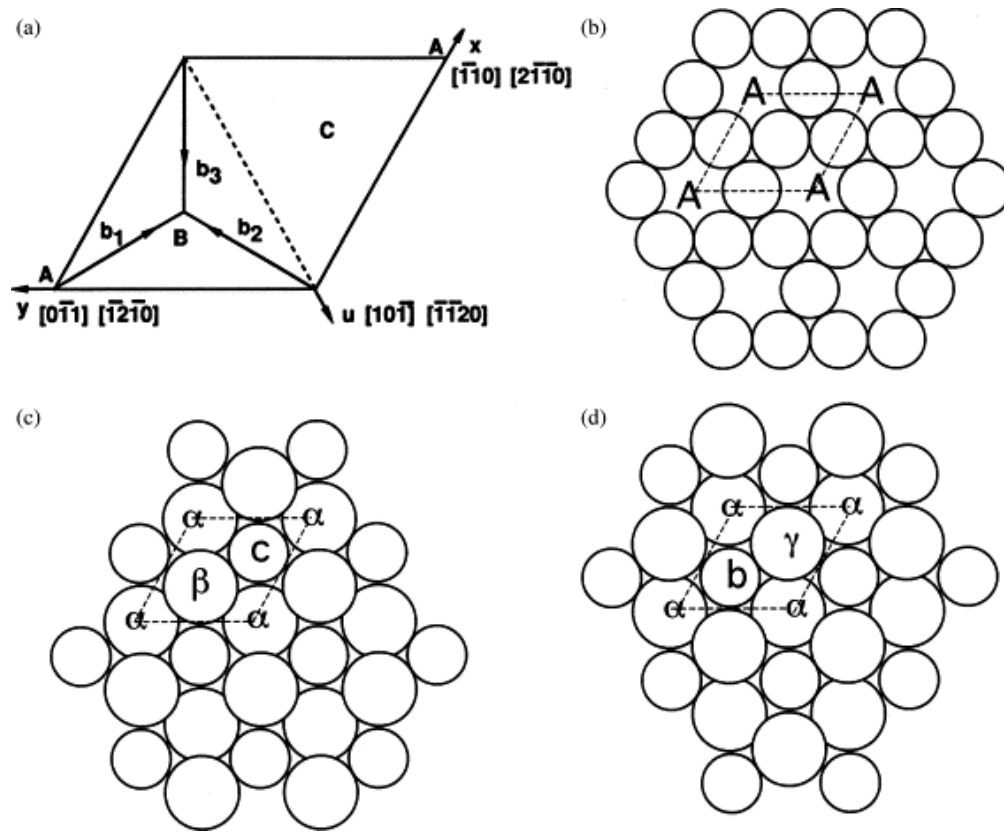


Figura 1: a) Celda unitaria hexagonal proyectada sobre el plano (0001) para C14 y C36 y sobre (111) para C15, b) Capa simple de átomos pequeños, c) y d) capas triples (17).

Si definimos las capas cuádruples X, Y y Z como aquellas compuestas por una capa simple seguida de una capa triple del tipo t, y las capas X', Y' y Z' como aquellas compuestas por una capa simple seguida de una capa triple del tipo t', el apilamiento de estas capas debe seguir las siguientes reglas: una capa del tipo X, Y o Z debe ser seguida por la secuencia $X \rightarrow Y \rightarrow Z \rightarrow X$, mientras que una capa del tipo X', Y' o Z' debe ser seguida por la secuencia invertida $X \rightarrow Z \rightarrow Y \rightarrow X$.

Esto significa que sobre una capa X puede haber una capa Y o Y', sobre una capa Y puede haber una capa Z o Z', y sobre una capa Z puede haber una capa X o X'. Por otro lado, sobre una capa X' puede haber una capa Z o Z', sobre una capa Y' puede haber una capa X o X', y sobre una capa Z' puede haber una capa Y o Y'.

Así, las secuencias de apilamiento XY' , XYZ y $XYZ'Y'/XY'X'Z$ corresponden a los politipos C14, C15 y C36, respectivamente. La figura 2 muestra la distribución de los átomos A y el apilamiento de las capas X, Y y Z para los politipos C14, C15 y C36, por otro lado, la figura 3 muestra la distribución de los átomos B para los politipos mencionados.

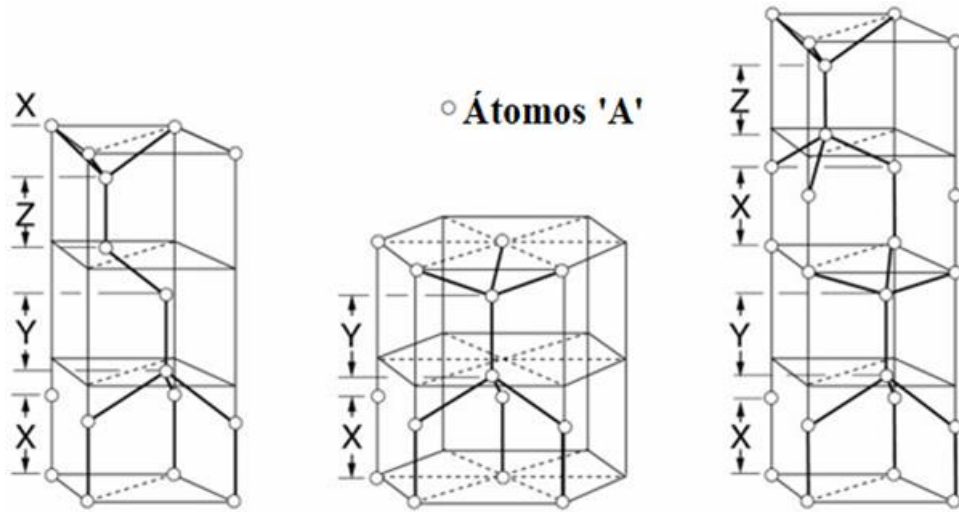


Figura 2: Distribución de los átomos A y apilamiento de capas para los politipos C14, C15 y C36 respectivamente (16).

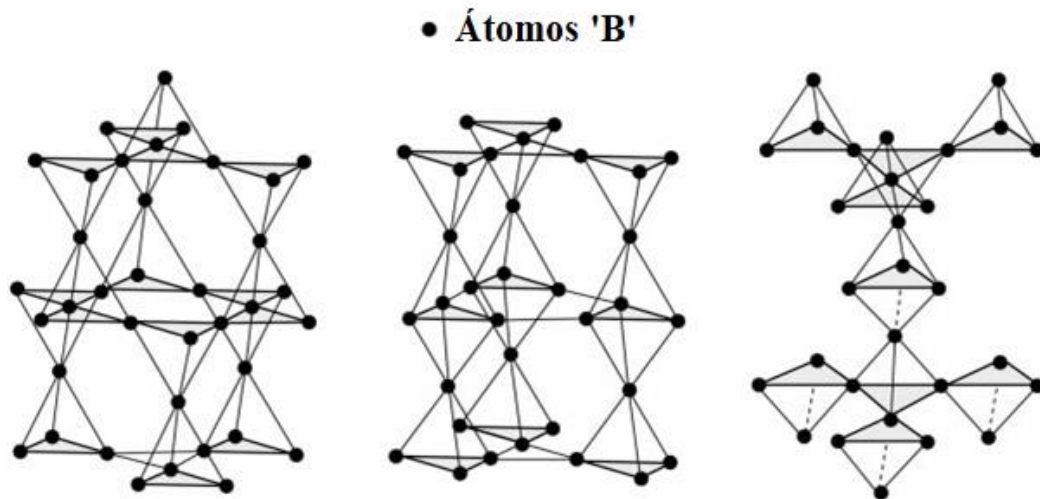


Figura 3: Distribución de los átomos B y apilamiento de capas para los politipos C14, C15 y C36 respectivamente (17).

Existen diversos factores que controlan la estabilidad de la fase Laves. Considerando el tamaño de los átomos que la forman, la relación de sus radios r_A/r_B varía entre 1.05 y 1.70, siendo idealmente 1.225. Cabe destacar que no existe correlación entre el valor de la relación y el politipo formado. Por otro lado, teniendo en cuenta la electronegatividad de los elementos, se ha observado que la contracción debido a la atracción entre los átomos A y B es proporcional al cuadrado de la diferencia de sus electronegatividades. Considerando esto, la diferencia de potenciales atómicos produce una renormalización de los radios atómicos efectivos, permitiendo la formación de fase Laves con grandes relaciones de radios de Goldschmidt lejanos a las ideales. Sin embargo, este fenómeno también puede provocar la inestabilidad estructural de una fase Laves con relaciones de radios atómicos cercanos a las ideales. Un tercer factor para considerar es la concentración de electrones de valencia, la cual se relaciona con los rangos de homogeneidad de las estructuras cúbicas y hexagonales. No obstante, solo es válido para algunos sistemas ternarios particulares(16).

La Fase laves es un precipitado particularmente importante en aceros inoxidable resistentes a altas temperaturas, ya que influye notablemente en la estabilidad de la microestructura y en sus propiedades mecánicas. En aceros ferríticos inoxidable, puede ser perjudicial considerando que puede producir fragilización, y modificación de la temperatura de transición dúctil-frágil (19). Sin embargo, estudios han comprobado que la precipitación de la fase de Laves puede retardar la migración de los límites de grano y prevenir la recristalización, mejorando su resistencia a la termofluencia (20,21).

La fase Laves desempeña un papel clave en el fenómeno de anclaje de dislocaciones, el cual está condicionado por el tamaño y la forma de dicha fase. El esfuerzo de Orowan, a su vez, está asociado al requerimiento de energía para que una dislocación atraviese una partícula, y se describe mediante la *ecI*. (22).

$$\tau_{\text{Orowan}} = 2Gb/l \quad \text{ec1.}$$

donde G es el módulo de cizalle, b es el vector de Burger y l es la distancia entre precipitados.

Por lo general, se considera que los aceros ferríticos tienen una menor resistencia a la termofluencia en comparación con los aceros austeníticos. Sin embargo, debido a su menor coeficiente de expansión térmica, los aceros ferríticos son preferidos para la construcción de componentes que operan a alta temperatura. Esto abre la posibilidad de utilizar aceros ferríticos inoxidable de bajo costo que presenten un alta maleabilidad, resistencia a la corrosión y oxidación, como alternativa a los aceros austeníticos. A medida que aumentan las restricciones ambientales, es necesario mejorar la eficiencia y reducir las emisiones, lo que implica operar a temperaturas más altas. Esto, a su vez, requiere materiales con excelentes propiedades de resistencia a la oxidación, a altas temperaturas, a la fatiga térmica y al creep. Generalmente, estas propiedades se logran mediante la adición de Nb o Mo a la aleación. Además, la adición de Mo tanto como de W se utiliza para reducir la tasa de oxidación y mejorar la resistencia al creep. El W también aumenta el número de precipitados de fase Laves, los cuales minimizan el crecimiento interno de la película de óxido.(23).

En el contexto del proceso de soldadura, es crucial comprender el impacto de los ciclos térmicos en la microestructura de los materiales, específicamente en el crecimiento de grano (24). Dado que la unión por soldadura se utiliza ampliamente en la fabricación de componentes de aceros ferríticos inoxidable, es de vital importancia considerar el comportamiento de la precipitación de la fase Laves en la zona afectada por el calor. La Fase Laves puede desempeñar un papel crucial al prevenir o frenar el crecimiento excesivo de grano durante el ciclo térmico de soldadura (25).

Además, se ha observado el desprendimiento de incrustaciones de óxido al formarse la fase laves en la interfaz acero/óxido, lo cual ocurre producto del desajuste de expansión térmica entre ambas fases (26).

El endurecimiento por precipitación de la fase laves considerando un acero ferrítico/martensítico es afectado por dos variables: el tamaño medio de precipitado y la fracción volumétrica. Si se considera sólo fracción volumétrica, se aprecia que existe un límite dentro del cual la fase Laves aporta endurecimiento de manera efectiva y este es creciente respecto a la fracción volumétrica, luego de superar ese límite, el efecto del endurecimiento decrece, como se observa en la figura 4, donde, la curva 1 muestra el incremento del esfuerzo de ruptura en termofluencia debido al endurecimiento por precipitación de fase laves; la curva 2 muestra la disminución del esfuerzo de ruptura por creep debido a la pérdida de endurecimiento por solución sólida provocada por el consumo de los elementos W y Mo del soluto, y la curva 3 muestra el efecto combinado de ambos fenómenos (8).

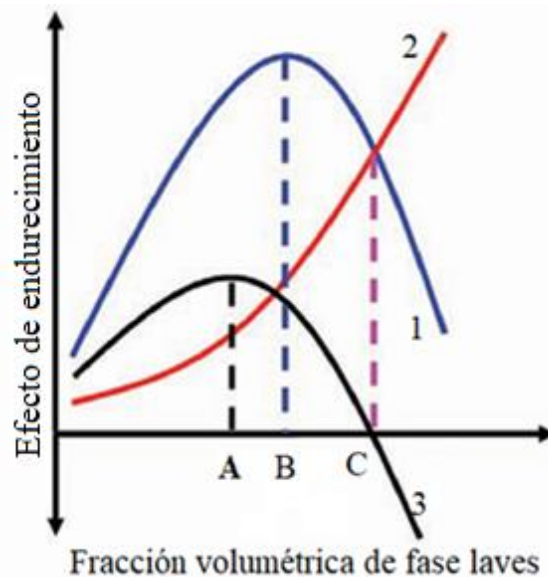


Figura 4: Diagrama de los efectos sobre el endurecimiento ocasionado por precipitación y por pérdida de solución sólida.

En la curva 1 se muestra el incremento del esfuerzo de ruptura por creep debido al endurecimiento por precipitación de fase laves. La curva 2, por otro lado, muestra la disminución del esfuerzo de ruptura por creep debido a la pérdida de endurecimiento por solución sólida causada por el consumo de los elementos

W y Mo del soluto. Por último, la curva 3 representa el efecto combinado de ambos fenómenos. En el punto A, se alcanza la fracción volumétrica óptima para maximizar el efecto de endurecimiento considerando ambos fenómenos mencionados. El punto B indica el punto máximo del efecto de endurecimiento por precipitación, mientras que el punto C muestra el punto donde la presencia de fase laves comienza a ser perjudicial, es decir, donde su formación disminuye el esfuerzo de ruptura por creep (8). Las curvas se interpretan cualitativamente.

En general, el comportamiento del endurecimiento por precipitación puede variar entre una matriz ferrítica y una matriz ferrítico/martensítica debido a sus distintas microestructuras y composiciones. La presencia de martensita en una matriz ferrítico/martensítica puede proporcionar un mayor número de sitios de nucleación para la precipitación de fases de endurecimiento, lo que puede resultar en un mayor efecto de endurecimiento en comparación con una matriz ferrítica. No obstante, de manera general, también se puede observar el fenómeno de disminución del efecto de endurecimiento después de superar un cierto límite de fracción volumétrica de la fase de endurecimiento en ambas matrices.

En relación con los aceros ferríticos, el endurecimiento por precipitación está estrechamente relacionado con el tamaño de la fase Laves, el espaciamiento entre partículas, su distribución, la velocidad de crecimiento y los engrosamientos de partículas. Estos factores influyen en el efecto de endurecimiento en dichos aceros.

3.2 Rol de los elementos aleantes

Considerando los elementos diferenciadores en las aleaciones estudiadas en esta investigación, es decir Nb, Ti y Mo, se ha observado previamente que estos elementos pueden mejorar la resistencia a la corrosión y al mismo tiempo mejorar el desempeño a alta temperatura de los aceros ferríticos inoxidables, y, más específicamente, el Nb y Mo son beneficiosos para prevenir la corrosión

intergranular y oxidación mediante el mecanismo de fijación de Cr junto a la inhibición de la difusión de oxígeno (27).

El Nb es un elemento estabilizador de la ferrita, el cual tiene un importante rol en la descomposición de la austenita en otras fases durante el enfriamiento. Además, en aceros ferríticos, mejora la resistencia mecánica principalmente debido a que produce refinamiento de grano y a que promueve la formación de precipitados finos (28). También, puede promover la formación de fase laves en la interfaz óxido/metal, lo cual resulta beneficioso dado que evita la difusión de átomos hacia la capa de óxido y la entrada de iones de oxígeno al acero (27).

El Ti y el Mo, por su lado, también son elementos estabilizadores de la ferrita, el Ti forma nitruros y carbonitruros, los cuales poseen una gran estabilidad a alta temperatura, el Mo forma carburos y también está documentado que promueve la formación de fase laves (29,30), además reduce el crecimiento de grano, y aporta resistencia a la corrosión por picadura (31).

El Cr es el elemento aleante más importante en los aceros inoxidable, debido a que la principal razón de su resistencia a la corrosión es la presencia de una capa pasiva de óxido en la superficie, la cual está formada principalmente por Cr_2O_3 y posee un espesor de aproximadamente 2-3nm (31), además forma carburos M_{23}C_6 y nitruros M_2N (32,33). Los aceros inoxidable ferríticos normalmente contienen en un rango de 14 a 27% de cromo (34). Por otro lado, la formación de fase laves ocurre preferentemente en la interfaz ferrita/ Cr_2O_3 (35), sin embargo, la formación de precipitados de Cr suele generar una zona adyacente empobrecida en Cr, lo cual puede generar mayor susceptibilidad a corrosión intergranular, por lo tanto, es ventajoso añadir estabilizadores, tales como, el Nb y el Ti para que reaccionen preferentemente con el C y el N (36).

El Mn y el Ni tienen una influencia similar en la microestructura de los aceros ferríticos (37), sin embargo, el Mn posee la capacidad de formar MnS y así evitar los problemas causados por el S, además incrementa la tasa de crecimiento de algunos precipitados y promueve la formación de fase Laves (38).

El Al, por su parte, provoca el engrosamiento de carburos del tipo $M_{23}C_6$, también es un elemento estabilizador de la ferrita (39), además disminuye la densidad de la aleación y una baja adición puede disminuir el módulo elástico y mejorar la resistencia (40).

El Si es estabilizador de la ferrita y forma capas de óxido protectoras (41), además también promueve la formación de fase Laves (10).

3.3 Tratamientos térmicos y termo-mecánicos

Se ha demostrado que, mediante una correcta selección de tratamientos térmicos y termo-mecánicos, la degradación microestructural a las condiciones de termofluencia a largo plazo puede ser reducida (13), mediante una optimización mecánica de la microestructura a alta temperaturas: refinamiento de grano, endurecimiento por precipitación y límites de interface.

La deformación en caliente puede inducir a la nucleación de precipitados finos en aceros inoxidable para alta temperatura, en los límites de grano o subgrano (42). Para aceros ferríticos inoxidables la laminación en caliente ha mostrado acelerar la formación de precipitados como la fase Laves, Chi y Sigma. Por su parte, la deformación plástica induce la formación de dislocaciones, las cuales son sitios de nucleación para la fase laves, ya que en estas se promueve la difusión, por otro lado, al existir más sitios de nucleación los precipitados tienden a tener menor tamaño (43).

El recocido de precipitación es un tratamiento ampliamente utilizado y de gran importancia en los aceros inoxidables ferríticos. Este tratamiento tiene un impacto significativo en la microestructura, ya que puede modificar la distribución de los límites de grano y favorecer la formación de precipitados. En particular,

se aplica con frecuencia para mejorar el rendimiento de los aceros inoxidables ferríticos, especialmente en piezas laminadas. Durante el recocido, se promueve la recristalización y se reduce el endurecimiento causado por la deformación plástica en el proceso de laminación. Como resultado de su tratamiento, los aceros inoxidables ferríticos tratados muestran una alta resistencia mecánica, superando incluso a la de los aceros de bajo contenido de carbono. Esto los hace más adecuados para aplicaciones que requieren soportar esfuerzos elevados. Además, estos aceros también presentan una alta resistencia a la corrosión, superando incluso a los aceros martensíticos inoxidables. Esta combinación de propiedades los convierte en la elección ideal para aplicaciones que demandan tanto una alta resistencia mecánica como una alta resistencia a la corrosión (34,44). En general, el recocido aumenta el tamaño promedio de grano, lo que a su vez provoca una disminución en la tenacidad del material (45). Esto se relaciona con el proceso de aniquilación y reordenamiento de las dislocaciones y defectos puntuales (46). Además, durante este tratamiento térmico, se forma rápidamente una capa de Cr_2O_3 en la superficie, lo cual puede inducir la precipitación de la fase Laves en la interfaz ferrita/ Cr_2O_3 (35). Esta precipitación de fase Laves puede tener una influencia significativa en el proceso de oxidación, ya que, durante este proceso, pueden formarse vacíos en la interfaz, lo que da lugar a la creación de una película porosa y menos adherente. Esto, a su vez, puede ocasionar su desprendimiento (47). Por otro lado, este tratamiento promueve el engrosamiento de los carburos M_{23}C_6 , lo cual puede producir una disminución en la densidad numérica de este tipo de precipitados (48).

3.4 Cinética de precipitación.

Considerando la teoría de nucleación y crecimiento para un precipitado β rico en B (en este caso fase Laves) en una solución supersaturada α rica en A, se describen estos procesos mediante el cambio de la energía libre de Gibbs (ΔG). En primer lugar, se debe tener en cuenta que, a una temperatura en la cual la fase es estable, la creación de un volumen V de esta fase provocará una reducción de energía libre

correspondiente a $V\Delta G_v$. Además, la creación de la interfaz α/β de área A provocará un aumento en la energía libre correspondiente a $A\gamma$, asumiendo que la energía de interfaz es isotrópica. Por otro lado, la formación de este volumen V produce una deformación elástica en la malla lo cual también producirá un aumento la energía libre correspondiente a $V\Delta G_s$. Luego, al considerar que la nucleación es generalmente heterogénea y ocurre en defectos cristalinos, también se debe considerar la disminución de energía libre asociada a la destrucción del defecto cristalino, que corresponde a ΔG_d (49).

Así, la expresión para el cambio de la energía libre de Gibbs está dada por:

$$\Delta G = -V(\Delta G_v - \Delta G_s) + A\gamma - \Delta G_d \quad (ec.2)$$

Sin embargo, el valor de γ puede variar considerablemente dependiendo del tipo de interfaz. Esto es especialmente cierto para el caso de la interfaz de fase Laves con carburos MC. Dado que esta interfaz es coherente, tiene una energía interfacial más baja, lo que resulta en una barrera energética de nucleación más baja (50). Por lo tanto, $A\gamma$ debería ser reemplazado por la suma de las áreas de las distintas superficies del núcleo multiplicadas por sus valores de γ respectivos. Si no se considera la variación γ y asumiendo un núcleo esférico de radio r , puede reemplazarse en V en la *ec. 2* (49).

$$\Delta G = -\frac{4}{3}\pi r^3(\Delta G_v - \Delta G_s) + 4\pi r^2\gamma - \Delta G_d \quad (ec.3)$$

Luego, considerando que la nucleación requiere de la difusión desde la matriz supersaturada hacia la zona de nucleación hasta alcanzar la composición del precipitado β , si μ corresponde al potencial químico y X a la composición, la disminución de la energía libre asociada a la extracción de los elementos desde la fase α está dada por la *ec.4* (49):

$$\Delta G_1 = \mu_A^\alpha X_A^\beta + \mu_B^\alpha X_B^\beta \quad (ec.4)$$

De igual forma, al reordenarse los átomos en la estructura de β , la energía libre aumentará ΔG_2 .

$$\Delta G_2 = \mu_A^\beta X_A^\beta + \mu_B^\alpha X_B^\beta \quad (ec.5)$$

Así, la fuerza impulsora para la nucleación por mol de β es:

$$\Delta G_n = \Delta G_2 - \Delta G_1 \quad (ec.6)$$

En consecuencia, siendo V_m el volumen molar, la disminución de la energía libre asociada al volumen es:

$$\Delta G_v = \frac{\Delta G_n}{V_m} \quad (ec.7)$$

Para la nucleación en límites de grano la forma óptima de un embrión corresponde a la que minimiza la energía libre de interfaz, para el caso de una interfaz incoherente corresponda la de dos capas esféricas. De aquí, se puede obtener el radio crítico de las capas del núcleo r^* y la energía de activación ΔG^* (49).

$$r^* = \frac{2\gamma\alpha/\beta}{\Delta G_v} \quad (ec.8)$$

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\gamma^3}{3(\Delta G_v - \Delta G_s)^2} \quad (ec.9)$$

Así, la velocidad de nucleación J está dada por la *ec.10* [25].

$$J = Z\varepsilon N_0 \exp\left(\frac{k\Delta G^*}{kT}\right) \quad (ec.10)$$

Donde, Z es el factor de Zeldovich, el cual está relacionado con la termodinámica del proceso de nucleación y describe la probabilidad de un núcleo supercrítico con un radio levemente mayor al crítico de disolverse en la matriz, ε es la velocidad a la que los átomos se adhieren hacia el núcleo crítico y queda expresado en la *ec.11*, N_0 es el número de sitios de nucleación por unidad de volumen, k es la constante de Boltzmann y T es la temperatura (51).

de concentración de equilibrio, C_e . De esta manera, la tasa de crecimiento, v , depende del gradiente de concentración en la interfase y del coeficiente de difusión (49). Luego, si se considera x el grosor del precipitado:

$$v = \frac{D(C_0 - C_e)}{2(C\beta - C_e)(C\beta - C_0)x} \quad (ec. 12)$$

Donde D es el coeficiente de difusión del soluto en la matriz. Si se asume volumen molar constante, las concentraciones C_0 y C_e en la ecuación pueden reemplazarse por las fracciones molares X_0 y X_e respectivamente. Además, si se integra la ecuación se obtiene:

$$v = \frac{(X_0 - X_e) D}{2(X\beta - X_e)x t} \quad (ec. 13)$$

Donde, $X_0 - X_e$ es la supersaturación previa a la precipitación, de aquí se infiere que la tasa de crecimiento es proporcional a la supersaturación para un tiempo dado.

Después de finalizar el proceso de crecimiento, comienza el engrosamiento del precipitado, el cual es uno de los procesos más relevantes en aceros resistentes a la termofluencia. En este proceso, la composición química ejerce una influencia importante (53) y la fuerza impulsora es la minimización de la energía de superficie. La tasa de engrosamiento se determina mediante la siguiente expresión:

$$v = \frac{D_i(X_0 - X_e) 1}{k(X\beta - X_r) r} \left(1 - \frac{r^*}{r}\right) \quad (ec. 14)$$

donde X_r es la fracción molar en la interfase y D_i es el coeficiente de difusión del elemento i en la matriz.

Esta es una posible razón, por la cual, se ha observado que los precipitados de fase laves tienen una mayor cinética de engrosamiento al estar en límites de grano de ángulo alto que en límites de grano de ángulo bajo (54).

Según la teoría de Ostwald-Ripening, el engrosamiento controlado por difusión de volumen está dado por la *ec.15* (55):

$$d(t)^3 - d_0^3 = K_p t \quad (ec.15)$$

Donde, $d(t)$ es el tamaño de partícula en el instante t , d_0 es el tamaño inicial y K_p es la constante de engrosamiento.

Como el refinamiento de grano facilita la difusión y el proceso de engrosamiento está controlado por ésta, consecuentemente, el refinamiento de grano promueve un engrosamiento más rápido del precipitado (56).

3.5 Modelación termodinámica.

El método CALPHAD permite el cálculo y predicción de las fases de distintos materiales en sistemas multicomponentes. Utilizando bases de datos termodinámicas y físicas, es posible construir diagramas de fases. Una característica destacada de este método es el establecimiento de una base de datos unificada para elementos puros en sus estados metaestables. Por ejemplo, se puede determinar la energía de Gibbs asociada al cromo en una estructura cúbica centrada en el cuerpo (57).

Cualquier forma de modelación relacionada a las funciones termodinámicas parametrizadas de las fases, como la simulación de transformaciones controladas por difusión, se considera como una extensión de CALPHAD. El método consiste en determinar la función de la energía de Gibbs de cada fase presente en el sistema, estas funciones son parametrizadas y dependen de las variables de estado, es decir, presión, temperatura y composición (58).

Teniendo en cuenta que la nucleación puede ser considerada como un proceso difusional en el espacio del tamaño de la partícula (12), el primer paso es describir la energía de Gibbs molar total para cada fase,

sea una fase α , donde, G^α es la energía de Gibbs molar total de esa fase, $^{srf}G_\alpha$ la energía libre de superficie con relación a las otras fases presentes, $^{cfg}G_\alpha$ la energía de configuración de la solución, $^{mgm}G_\alpha$ la contribución magnética a la energía de Gibbs y $^E G_\alpha$ el exceso de energía de Gibbs (38,59). Los materiales compuestos por Fe, Ni y Co, presentan el fenómeno de polarización en sus espines de electrones, lo cual debe considerarse por su contribución magnética en la energía de Gibbs (39,60).

$$G^\alpha = ^{srf}G_\alpha + ^{cfg}G_\alpha + ^{mgm}G_\alpha + ^E G_\alpha \quad (ec.16)$$

La energía libre de superficie $^{srf}G_\alpha$ para cada fase está dada por la siguiente ecuación, donde, G_i^α es la energía de Gibbs del elemento i relativa.

$$^{srf}G_\alpha = \sum_i x_i G_i^\alpha(T) \quad (ec.17)$$

El exceso de energía de Gibbs se obtiene mediante la *ec.18*.

$$^E G_\alpha = \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n x_i x_j L_{ij} \quad (ec.18)$$

Donde, x_i es la fracción molar del componente i , y L_{ij} es un parámetro de interacción en Thermocalc que se describe mediante las series de Redlich-Kister representadas en la *ec.19* y puede depender de la temperatura.

$$L_{ij} = {}^0L_{ij} + {}^1L_{ij}(x_i - x_j) + {}^2L_{ij}(x_i - x_j)^2 + \dots + {}^nL_{ij}(x_i - x_j)^n \quad (ec.19)$$

$^{cfg}G_\alpha$, a su vez, es descrito por la *ec.20*.

$$^{cfg}G_\alpha = RT \sum_i x_i \ln x_i \quad (ec.20)$$

Para describir las fases BCC y FCC, en general, se realiza mediante la sustitución de elementos metálicos en una sola subred, en cambio, para describir la fase laves en los politipos más comunes, C14, C15 y C36, se utiliza un modelo de dos subredes, utilizando el formalismo de energía compuesta (CEF) (61).

Considerando el modelo de dos subredes, para el politipo C14 de la fase laves, $^{srf}G_{\alpha}$ queda descrita por la *ec.21* (62).

$$^{srf}G_{\alpha} = y_A^1 y_A^2 G_{A:A}^0 + y_B^1 y_A^2 G_{B:A}^0 + y_A^1 y_B^2 G_{A:B}^0 + y_A^1 y_B^2 G_{B:B}^0 \quad (ec.21)$$

donde las fracciones de los componentes A y B en las subredes 1 y 2 son y_A^1 , y_B^1 , y_A^2 y y_B^2 .

La energía de Gibbs para las componentes en las periferias $G_{i:j}^0$ es dependiente de la temperatura y corresponde a la *ec.22* (62).

$$G_{i:j}^0 = a_{i:j} + T b_{i:j} + T \ln(T) c_{i:j} \quad (ec.22)$$

Donde $a_{i:j}$, $b_{i:j}$ y $c_{i:j}$ son constantes determinadas por experimentación u optimización de parámetros termodinámicos.

Luego, la suma de las energías molares de Gibbs de los constituyentes puros i en la fase f multiplicados por su fracción ($\sum i y_i G_i^f$) se sustituye en la ecuación 21.

Se utiliza el modelo numérico Kampmann-Wagner para modelar la precipitación de partículas, el cual emplea la ecuación diferencial ordinaria basada en las leyes de nucleación y crecimiento, donde, mediante la integración respecto al tiempo, se obtiene la cinética de precipitación (63). Si se considera que los precipitados son esféricos, se clasifican según su radio, el balance numérico está descrito por la *ec.23* (64).

$$\frac{\delta \varphi}{\delta t} = -\frac{\delta(v\varphi)}{\delta r} + S \quad (ec.23)$$

Donde, $\varphi = \varphi(r, t)$ representa la distribución de densidad numérica de los precipitados de radio r en el tiempo t, $v = v(r, t)$ representa la velocidad de crecimiento de los precipitados de radio r en el tiempo t y

$S=S(r, t)$ representa la nucleación para la distribución de densidad numérica de precipitados recién formados de radio r en el tiempo t .

A pesar de que la nucleación de la fase laves es heterogénea, para el uso del modelo Kampmann-Wagner, se considera homogénea, por lo cual, para obtener el radio crítico y energía de activación pueden utilizarse las ecuaciones que entrega la teoría clásica de nucleación, es decir la *ec.7* y la *ec.8*, al igual que la velocidad de nucleación *ec.9*, sin embargo, tampoco se considerará la deformación elástica de la malla ΔG_s por lo cual la energía de activación queda expresada en la *ec.24* además se considera que la velocidad de nucleación es dependiente del tiempo y queda expresada en la *ec.25(51)*.

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\gamma^3}{3(\Delta G_v)^2} \quad (ec.24)$$

$$J = Z\varepsilon N_0 \exp\left(\frac{k\Delta G^*}{kT}\right) \exp(-\tau/t) \quad (ec.25)$$

$$\tau = \frac{1}{\varphi\varepsilon Z^2} \quad (ec.26)$$

Así, este modelo calcula la evolución temporal de la fase del precipitado, su fracción y su tamaño (65).

Finalmente se espera que la adición de elementos de aleación (Nb, Ti o Mo) en sistemas Fe-Cr-Ni-Al promoverá la formación de la fase Laves, la cual tendrá un impacto significativo en las propiedades microestructurales de los aceros ferríticos inoxidables. Además, se espera que la modelación computacional permita predecir la formación y estabilidad de la fase Laves en función de la composición química, y que la caracterización microestructural brinde información detallada sobre la morfología, distribución y efectos de los precipitados en los aceros estudiados.

4. Procedimiento experimental

4.1 Diseño de las aleaciones

La composición objetivo, presentada en la Tabla 1, fue determinada considerando la influencia independiente de los elementos, basándose en estudios previos y consideraciones teóricas. Estas composiciones objetivo representan un rango deseado de concentraciones para los elementos Cr, Ni, Al, X (Nb, Ti o Mo) y otros elementos traza.

Tabla 1: Composición objetivo.

Elemento	Cr	Ni	Al	X	Si	Mn	C	N	P	S	Fe
Masa (%)	9-15	1-3	1-3	1-3	<0,4	<0,4	<0,06	<0,03	<0,02	<0,02	BAL.

La finalidad de establecer esta composición objetivo es favorecer la formación de precipitados de fase Laves durante el recocido a 650°C. Se espera que las propiedades y el comportamiento de las aleaciones Fe-Cr-X-Ni-Al se vean afectados por la presencia de la fase Laves, lo cual es relevante para aplicaciones específicas en las que se busca mejorar propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión u otras características deseables.

4.2 Producción de las aleaciones.

Se fabricaron tres aceros ferríticos denominados según su composición como FeCrNiAlNb, FeCrNiAlTi y FeCrNiAlMo. La fabricación se llevó a cabo utilizando un horno de inducción con atmósfera controlada de argón grado 5, a una temperatura de 1600°C (aproximadamente 100°C por encima de la temperatura de fusión) y un tiempo de residencia del baño líquido de 5 minutos.

Para alcanzar la composición deseada de la aleación se utilizó aluminio AA1100, níquel puro, acero bajo carbono (0,06%C) y ferroaleaciones (FeCr, FeMn, FeSiAl, FeNb, FeTi y FeMo) para las aleaciones de FeCrNiAlNb, FeCrNiAlTi y FeCrNiAlMo respectivamente. Se realizó un balance de masa para cada aleación y así se obtuvo la cantidad requerida de cada componente para cada aleación. Las tablas 2, 3 y 4 muestran la cantidad de cada componente utilizada para producir las aleaciones de FeCrNiAlNb, FeCrNiAlTi y FeCrNiAlMo, respectivamente.

Tabla 2: Cantidad de cada componente utilizado en la aleación FeCrNiAlNb.

Componente	Aluminio AA1100	Níquel puro	FeCr	FeMn	FeSiAl	Acero (0,06%C)	FeNb
Masa (g)	120	125	1010	20	32	4000	190

Tabla 3: Cantidad de cada componente utilizado en la aleación FeCrTiAlNb.

Componente	Aluminio AA1100	Níquel puro	FeCr	FeMn	FeSiAl	Acero (0,06%C)	FeTi
Masa (g)	120	125	1050	20	32	4200	180

Tabla 4: Cantidad de cada componente utilizado en la aleación FeCrMoNiAl

Componente	Aluminio AA1100	Níquel puro	FeCr	FeMn	FeSiAl	Acero (0,06%C)	FeMo
Masa (g)	120	125	1010	20	32	4000	180

4.2.1 Laminación

Luego, se seccionaron 4 muestras de las piezas obtenidas por cada aleación fabricada y se realizó una laminación en caliente a 3 de ellas con un tiempo de empape de 1 hora a 1130°C, con una reducción de espesor de 58%, 65% y 68% para las aleaciones de Nb, Ti y Mo respectivamente.

4.2.2 Solubilizado

Posteriormente, se realizaron los tratamientos térmicos a todas las piezas laminadas, a las cuales, se les realizó un solubilizado a 1200°C por 3 horas, y enfriadas al aire.

4.2.3 Recocido de precipitación

A partir de las piezas sometidas a solubilizado se tomaron dos de ellas, por cada aleación, y se les realizó un recocido de precipitación a 650°C con tiempos de 2 y 4 horas, después un enfriamiento al agua.

Así se obtienen 4 muestras por cada aleación, con 1 muestra directa de colada para analizar el efecto producido por los tratamientos térmicos. La tabla 5 muestra las distintas piezas con distintos tratamientos térmicos obtenidos para cada sistema en investigación con su denominación correspondiente.

Tabla 5: Estado y denominación de cada muestra para posterior análisis.

Sistema	Estado	Denominación
FeCrNiAlNb	Colada	M6
	Laminación 1130°C/1h/58% reducción + Solubilizado a 1200°C por 3 horas	M3
	Laminación 1130°C/1h/58% reducción + Solubilizado a 1200°C por 3 horas + Recocido de precipitación a 650°C por 2 horas	M11
	Laminación 1130°C/1h/58% reducción + Solubilizado a 1200°C por 3 horas + Recocido de precipitación a 650°C por 4 horas	M12
FeCrNiAlMo	Colada	M42
	Laminación 1130°C/1h/68% reducción + Solubilizado a 1300°C por 3 horas	M32
	Laminación 1130°C/1h/68% reducción + Solubilizado a 1200°C por 3 horas + Recocido de precipitación a 650°C por 2 horas	M38
	Laminación 1130°C/1h/68% reducción + Solubilizado a 1200°C por 3 horas + Recocido de precipitación a 650°C por 4 horas	M39
FeCrNiAlNbTi	Colada	M28
	Laminación 1130°C/1h/65% reducción + Solubilizado a 1300°C por 3 horas	M18
	Laminación 1130°C/1h/65% reducción + Solubilizado a 1200°C por 3 horas + Recocido de precipitación a 650°C por 2 horas	M24
	Laminación 1130°C/1h/65% reducción + Solubilizado a 1200°C por 3 horas + Recocido de precipitación a 650°C por 4 horas	M25

4.3 Caracterización de las aleaciones

4.3.1 Microscopía óptica

Para analizar y estudiar la microestructura, se realizaron metalografías de las muestras tomadas de las diferentes aleaciones. Para poder llevar a cabo el proceso de microscopía óptica, se realizó un desbaste con lijas de granulometría 800, 1200 y 1800, luego fueron pulidas con líquido de diamante y posteriormente se realizó un ataque electroquímico con ácido clorhídrico 5% vol/9V. Las micrografías fueron tomadas con un microscopio optico Nikon H600L. Para cada muestra de cada aleación se tomaron dos micrografías con 100x y 500x de aumento en zonas de interés, para apreciar de mejor manera la microestructura formada.

4.3.2 Microscopía electrónica de barrido

Posteriormente para estudiar la formación de precipitados, se hizo uso de un microscopio electrónico de barrido modelo JSM-6010PLUS/LA, el cual permite tomar imágenes RGB para conocer la distribución de elementos químicos y obtener un mapeo de elementos.

Además, se empleó la técnica de microscopía de barrido de electrones (SEM) utilizando electrones retrodispersados (BSE) como una herramienta de caracterización en este estudio exclusivamente para las muestras M11 y M24, las cuales presentaban una mayor probabilidad de contener la fase Laves. El SEM-BSE se basa en la interacción de los electrones primarios del haz con la muestra, generando electrones secundarios y retrodispersados.

4.3.3 Microdureza

Se realizaron mediciones de dureza Vickers (HV 0.05) en las muestras de colada y recocido utilizando un microdurómetro de la marca Struers. Se aplicaron cargas de 490,3 mN y se realizaron de 4 a 6

indentaciones para cada muestra medida. El objetivo de estas mediciones fue investigar la posible presencia de un refuerzo por precipitación en la matriz ferrítica, lo cual indicaría la formación de partículas precipitadas. Estas mediciones son fundamentales para comprender la influencia de las condiciones de colada y recocido en las propiedades mecánicas del material y pueden proporcionar información importante para el desarrollo de aleaciones con características mejoradas.

5. Resultados y discusiones

5.1 Modelación termodinámica

Para estudiar la formación de precipitados de fase Laves en las aleaciones Fe-Cr-X-Ni-Al (X = Nb, Ti y Mo) durante el recocido a 650°C, se realizaron cálculos termodinámicos utilizando el software ThermoCalc y la base de datos TCFE11. Estos cálculos se basaron en el cálculo de la energía libre de Gibbs para determinar las condiciones termodinámicas favorables para la formación de la fase Laves.

Utilizando los parámetros de entrada temperatura y composición química de la aleación, se generaron diagramas de fases para los diferentes sistemas de interés. Además de los diagramas de fases, se obtuvieron otras propiedades, como las fracciones volumétricas y la fuerza impulsora de formación de la fase Laves.

Estos cálculos termodinámicos y las composiciones objetivo proporcionarán una base sólida para el diseño y la preparación de las aleaciones, así como para el análisis y la interpretación de los resultados experimentales posteriores.

5.1.1 Aleación FeCrNiAlNb

En la figura 6 se distingue claramente que la estabilidad de fase laves se incrementa con un mayor contenido de Nb, lo cual, se condice con el efecto esperado del Nb, que es un buen formador de fase

laves [27], sin embargo, sólo aumenta el rango de estabilidad notablemente al incrementar hasta un valor cercano al 3%, por otro lado, también es estable la fase Z (CrNbN).

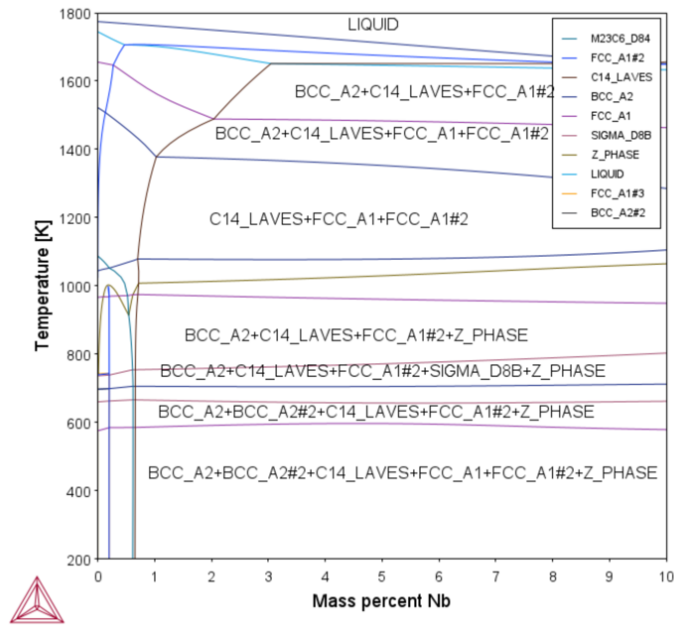


Figura 6: Diagrama de fases de 12Cr-2Ni-0.05C-0.4Mn-0.5Si construido por ThermoCalc variando %Nb.

Al considerar la influencia del Al, en la figura 7, la fase Z deja de ser estable, además, al aumentar el contenido de carbono disminuye la estabilidad fase Laves, desde unos 1370°C hasta poco menos de 1200°C. También se presentan precipitados de aluminio en un rango mayor de temperatura que la fase Laves. La fase FCC_A1#2 corresponde a carburos de niobio, los cuales son estables en un rango de temperatura levemente mayor que fase laves, por lo cual, los tratamientos de solubilizado y recocido no deberían producir su disolución.

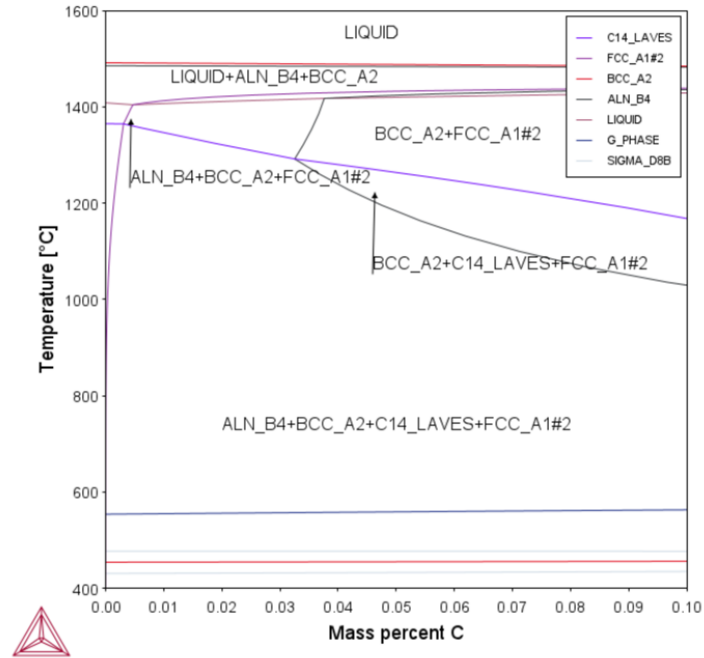


Figura 7: Diagrama de fases de 12Cr-2Ni-2Al-2Nb-0.4Mn-0.4Si-0.03N construido por ThermoCalc variando %C.

En la tabla 6, se muestran los resultados obtenidos de fuerza impulsora, energía de interfaz y fracción volumétrica para la fase Laves a la temperatura de 650°C en los sistemas Fe₁₂Cr₂Ni₂Al₃Nb y Fe₁₂Cr₂Ni₂Al₂Nb, teniendo en el sistema con 3% de Nb una fuerza impulsora levemente mayor para la formación de fase laves, esto indica que formación de la fase laves en la aleación 12Cr₂Ni₂Al₃Nb es más favorable desde el punto de vista termodinámico en comparación con la aleación 12Cr₂Ni₂Al₂Nb, además de tener una mayor fracción volumétrica. Ambas aleaciones presentan valores similares de energía de interfaz (σ), lo cual, indica que esta no se ve afectada por la cantidad de niobio en la aleación, al menos considerando el rango entre 2% a 3% de Niobio.

Tabla 6: Fuerza impulsora, energía de interfaz, composición química y fracción volumétrica de fase laves a 650°C para las aleaciones Fe12Cr2Ni2Al3Nb y Fe12Cr2Ni2Al2Nb.

	ΔG_m ($\frac{J}{mol}$)	σ ($\frac{J}{m^2}$)	Temperatura [°C]	%Fe	%Cr	%Al	%Ni	%Nb	%Mn	%Si	%C	%N	f_v^{Laves}
12Cr2Ni2Al3Nb	-12722	0,235	650	80	12	2	2	3	0,4	0,40	0,06	0,03	0,05
12Cr2Ni2Al2Nb	-11788	0,236	650	81	12	2	2	2	0,4	0,40	0,06	0,03	0,04

5.1.2 Aleación FeCrNiAlTi

En la figura 8 se distingue claramente la relación directa del incremento del rango de la temperatura a la cual es estable la fase laves con el aumento del contenido de Ti, hasta alcanzar un máximo en poco más del 6%, para el caso de un 2% de titanio la temperatura de precipitación de fase laves sería cercana a los 920°C.

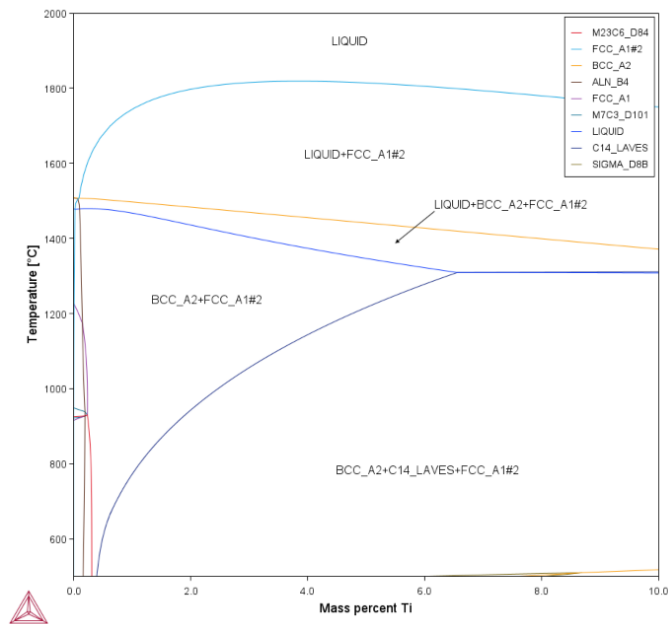


Figura 8: Diagrama de fases 12Cr-0.05C-2Ni-2Al-0.4Mn-0.4Si-0.03N construido por ThermoCalc variando %Ti.

Por otro lado, al igual que para el caso de la aleación FeCrNiAlNb, en la figura 9 se aprecia claramente como el rango de temperatura de la estabilidad de fase Laves disminuye con el aumento del contenido de C y además de la aparición de la fase FCC_A1#2 que, correspondientemente con la base de datos, corresponde a carburos de titanio (TiC), sin embargo, en este caso no se presentan precipitados de aluminio.

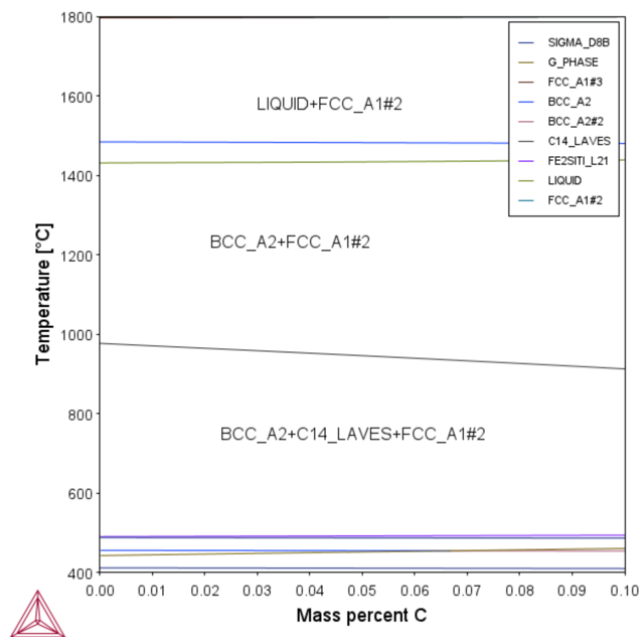


Figura 9: Diagrama de fases de 12Cr-2Ni-2Al-2Ti-0.4Mn-0.4Si-0.03N construido por ThermoCalc variando %C.

En la tabla 7, se muestran los resultados obtenidos de fuerza impulsora, energía de interfaz y fracción volumétrica para fase Laves a la temperatura de 650°C en los sistemas Fe₁₂Cr₂Ni₂Al₃Ti y Fe₁₂Cr₂Ni₂Al₂Ti, teniendo en el sistema con 3% de Ti una fuerza impulsora levemente mayor (porcentualmente la diferencia es más notoria que en el caso de las aleaciones con Nb presentadas en la tabla 5) para la formación de fase laves, esto indica que formación de la fase laves en la aleación 12Cr₂Ni₂Al₃Ti es más favorable desde el punto de vista termodinámico en comparación con la aleación 12Cr₂Ni₂Al₂Ti, además de tener una fracción volumétrica notablemente mayor. Ambas aleaciones presentan valores similares de energía de interfaz (σ), lo cual, indica que la estabilidad de la interfaz

entre las fases es similar, esto es coherente considerando que la naturaleza de las fases es prácticamente idéntica.

Tabla 7: Fuerza impulsora, composición química y fracción volumétrica de fase laves a 650°C para las aleaciones 12Cr2Ni2Al2Ti y 12Cr2Ni2Al3Ti.

	ΔG_m $\left(\frac{J}{mol}\right)$	σ $\left(\frac{J}{m^2}\right)$	Temperatura [°C]	%Fe	%Cr	%Al	%Ni	%Ti	%Mn	%Si	%C	%N	f_v^{Laves}
12Cr2Ni2Al2Ti	-4964	0,174	650	80,91	12	0,03	2	2	0,5	0,5	0,06	0,03	0,052
12Cr2Ni2Al3Ti	-5851	0,175	650	79,91	12	0,03	2	3	0,5	0,5	0,06	0,03	0,08992

5.1.3 Aleación FeCrNiAlMo

En la figura 10 se observa que el rango de temperatura en el cual se forma la fase laves aumenta con el contenido de Mo, llegando a su máximo alrededor del 2.5%. Además, en las figuras 10 y 11, al igual que en la aleación FeCrNiAlNb, se puede observar que los precipitados de aluminio son estables en un rango de temperatura más amplio en comparación con los precipitados de $M_{23}C_6$ y Laves.

En la figura 11, al igual que en los casos anteriores, se aprecia que el aumento del contenido de carbono disminuye la temperatura de precipitación de fase laves, sin embargo, la relevancia del efecto es mucho menor, por otro lado, más importante es el efecto en la temperatura de precipitación de carburos $M_{23}C_6$ el cual aumenta drásticamente hasta por sobre los 1000°C.

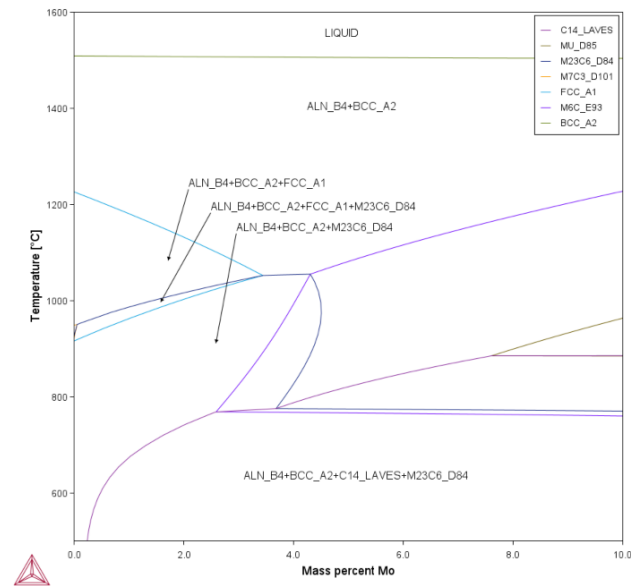


Figura 10: Diagrama de fases de 12Cr-0.05C-2Ni-2Al-0.4Mn-0.4Si-0.03N construído por ThermoCalc variando % de Mo.

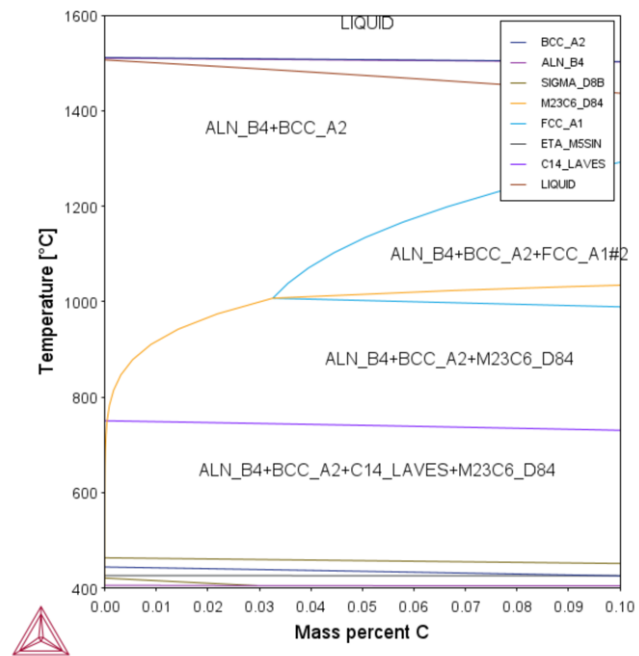


Figura 11: Diagrama de fases de 12Cr-2Ni-2Al-2Mo-0.4Mn-0.4Si-0.03N construído por ThermoCalc variando %C.

En la tabla 8, se muestran los resultados obtenidos de fuerza impulsora, energía de interfaz y fracción volumétrica para fase laves a la temperatura de 650°C en los sistemas Fe12Cr2Ni2Al3Mo y Fe12Cr2Ni2Al2Mo, teniendo en el sistema con 3% de Mo una fuerza impulsora levemente mayor (porcentualmente la diferencia es más notoria que en el caso de las aleaciones con Nb y Ti presentadas en las tablas 5 y 6) para la formación de fase laves, esto indica que formación de la fase laves en la aleación 12Cr2Ni2Al3Mo es más favorable desde el punto de vista termodinámico en comparación con la aleación 12Cr2Ni2Al2Mo, además de tener un valor de fracción volumétrica de casi el doble. Ambas aleaciones presentan valores idénticos de energía de interfaz (σ), lo cual, indica que la estabilidad de la interfaz entre las fases es similar, esto es coherente considerando que la naturaleza de las fases es prácticamente idéntica.

Tabla 8: Fuerza impulsora, composición química y fracción volumétrica de fase laves a 650°C para las aleaciones 12Cr2Ni2Al2Mo y 12Cr2Ni2Al3Mo.

	ΔG_m $\left(\frac{J}{mol}\right)$	σ $\left(\frac{J}{m^2}\right)$	Temperatura [°C]	%Fe	%Cr	%Al	%Ni	%Mo	%Mn	%Si	%C	%N	f_v^{Laves}
12Cr2Ni2Al2Mo	-2806	0,249	650	81	12	0,03	2	2	0,4	0,4	0,06	0,03	0,022
12Cr2Ni2Al3Mo	-3764	0,249	650	80	12	0,03	2	3	0,4	0,40	0,06	0,03	0,041

Comparando en las tablas 6, 7 y 8, de acuerdo con los valores de fuerza impulsora y energía de interfaz, asumiendo que en este caso una menor energía de interfaz reduce la barrera energética, se puede deducir que las aleaciones que contienen Mo tienen una barrera energética más alta, junto con una menor fuerza impulsora en magnitud, lo que resulta en una menor probabilidad de formación de la fase Laves para tiempos cortos de exposición a alta temperatura. Por otro lado, las aleaciones que contienen Ti presentan una fuerza impulsora menor en magnitud en comparación con las aleaciones que contienen Nb. Esto implica que es menos probable observar la formación de la fase Laves durante el recocido de precipitación en las aleaciones que contienen Mo, y más probable en las aleaciones que contienen Nb y

Ti, ya que estas últimas presentan una combinación de menor barrera energética y una fuerza impulsora relativamente alta. Además, según las fracciones volumétricas en las aleaciones con Ti existe una mayor cantidad de fase Laves que en las demás.

Como la fuerza impulsora es muy baja para fase laves del tipo Fe_2Mo en esta aleación, es probable que no alcance a formarse con un recocido de 2 o 4 horas, considerando que, debido a la baja de cinética de formación a $650^{\circ}C$, suele aparecer en tiempos prolongados, posterior a la segregación en los límites de grano de elementos formadores de la fase Laves como el Si y Mo (5,66) o, por Si y P (67).

Comparando, según los diagramas de equilibrio termodinámico, la fase Laves es estable en un rango de temperatura mayor para el caso de la aleación FeCrNiAlNb y a menor temperatura en el caso de la Aleación FeCrNiAlMo, lo cual, es coherente considerando que la fuerza impulsora es menor en el sistema con Mo y mayor en el sistema con Nb según lo informado en las tablas 6, 7 y 8.

En relación con el contenido de N y C, se ha observado previamente que limitar su contenido a un 0.03 y a un 0.06, respectivamente, es conveniente para mejorar la resistencia a la termofluencia (68), lo cual, también se aplica para aumentar la estabilidad de fase laves y limitar la formación de carburos de alta estabilidad termodinámica.

Los diagramas de fase permiten conocer y predecir los cambios en la microestructura según las temperaturas relevantes, de esta manera se observa que a la temperatura de $1200^{\circ}C$ la fase Laves no es estable (ver figuras 7, 9 y 11), por lo cual, ésta se concibe como la temperatura de solubilización. Es también importante destacar que la formación de carburos y nitruros de cromo en un acero inoxidable ferrítico durante el enfriamiento es producto de la reducción en la solubilidad del carbono y nitrógeno en la ferrita al disminuir la temperatura, lo cual, también es apreciable en los diagramas de fase. Además, el alto coeficiente de difusión en los elementos intersticiales en la estructura ferrítica inevitablemente

provoca la precipitación de nitruros Cr_2N y carburos M_{23}C_6 (33). Lo cual es de gran relevancia, ya que, las interfases ferrita/carburo y ferrita/nitruro son sitios favorables para la nucleación de la Fase laves (69).

Se selecciona una temperatura de recocido de 650°C debido a que es una temperatura comúnmente empleada en tratamientos térmicos de precipitación para este tipo de aceros. Además, esta temperatura cae dentro del rango óptimo para la velocidad de nucleación, como se puede apreciar en las figuras 7, 9 y 11, la fase laves es estable a esta temperatura.

5.2 Producción de aleaciones

5.2.1 Fundición

Mediante un horno de inducción se obtuvo aproximadamente 5.5kg de cada aleación. Se realizó un análisis químico para conocer la composición obtenida para cada aleación. Las tablas 9, 10 y 11 muestran las composiciones químicas diseñadas y obtenidas para cada aleación.

Tabla 9: Composición química de la aleación FeCrNiAlNb.

Elemento (%)	Cr	Ni	Al	Nb	Si	Mn	C	N	P	S	Fe
Diseñado	9-15	1-3	1-3	1-3	<0,4	<0,4	<0,06	<0,03	<0,02	<0,02	BAL.
Obtenido	15,16	2,5	1,4	1,85	0,29	0,16	0,08	0,07	0,018	0,02	BAL.

Tabla 10: Composición química de la aleación FeCrNiAlTi.

Elemento (%)	Cr	Ni	Al	Ti	Si	Mn	C	N	P	S	Fe
Esperado	9-15	1-3	1-3	1-3	<0,4	<0,4	<0,06	<0,03	<0,02	<0,02	BAL.
Obtenido	9	2,4	2,2	2,5	0,4	0,4	0,07	0,03	0,01	0,02	BAL.

Tabla 11: Composición química de la aleación FeCrNiAlMo.

Elemento (%)	Cr	Ni	Al	Mo	Si	Mn	C	N	P	S	Fe
Esperado	9-15	1-3	1-3	1-3	<0,4	<0,4	<0,06	<0,03	<0,02	<0,02	BAL.
Obtenido	12	2,5	1,9	2	0,5	0,4	0,08	0,03	0,01	0,02	BAL.

En general las composiciones obtenidas están dentro del rango aceptado, el contenido de carbono es levemente mayor al buscado, pero, no lo suficiente para modificar fuertemente la estabilidad de fase laves según los diagramas de fase (ver figuras 7, 9 y 11).

5.3 Caracterización

Microscopía óptica

El tamaño de grano se determinó utilizando el método de la intersección. En este método, se trazan líneas de prueba aleatoriamente sobre la imagen y se cuentan las intersecciones con los límites de los granos. El tamaño medio de grano se calcula dividiendo el largo de la línea entre el producto del número de intersecciones y la magnificación, para luego, calcular el promedio de los valores obtenidos de las distintas líneas trazadas.

Microscopia electrónica de barrido

En el presente estudio, se realizaron mapeos de elementos significativos utilizando la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM) en combinación con el microanálisis EDS. Para llevar a cabo estos mapeos, se seleccionaron los elementos de interés, y se configuró el sistema EDS para detectar y analizar los rayos X correspondientes a dichos elementos.

El SEM escaneó la muestra punto por punto, adquiriendo información química en cada punto de la superficie. A partir de estos datos, se generaron mapas de distribución espacial de los elementos seleccionados, que permitieron visualizar la presencia y la distribución de los elementos de interés en la muestra.

5.3.1 Aleación FeCrNiAlNb

Es claro el efecto de la laminación en la formación de granos de alargados (figuras 13, 14 y 15) en comparación con la muestra provenientes de fundición, en la que predomina la morfología dendrítica (ver figura 12), por otro lado, se aprecia claramente una mayor cantidad de precipitados en la muestra

directa de colada (figura 13) que en las demás (figuras 14, 15 y 16), lo cual se debe, a que el tratamiento de laminación junto al de solubilización que produjo la disolución de precipitados, y la formación y engrosamiento de otros, provocando, un mayor tamaño medio.

Considerando el recocido de 2 y 4 horas en las figuras 14 y 15, se aprecia que ocasionó una menor fracción volumétrica de precipitados y una mayor tendencia a la ubicación preferente en límites de grano.

La figura 12 muestra la microestructura de la aleación directa de colada, se aprecian granos dendríticos y fase ferrita, con gran cantidad de precipitados finos en la matriz y preferencialmente en límites de grano, lo cual es acorde al efecto del Nb (28), además, se aprecia claramente en la cercanía de los límites de grano una zona libre de precipitados.

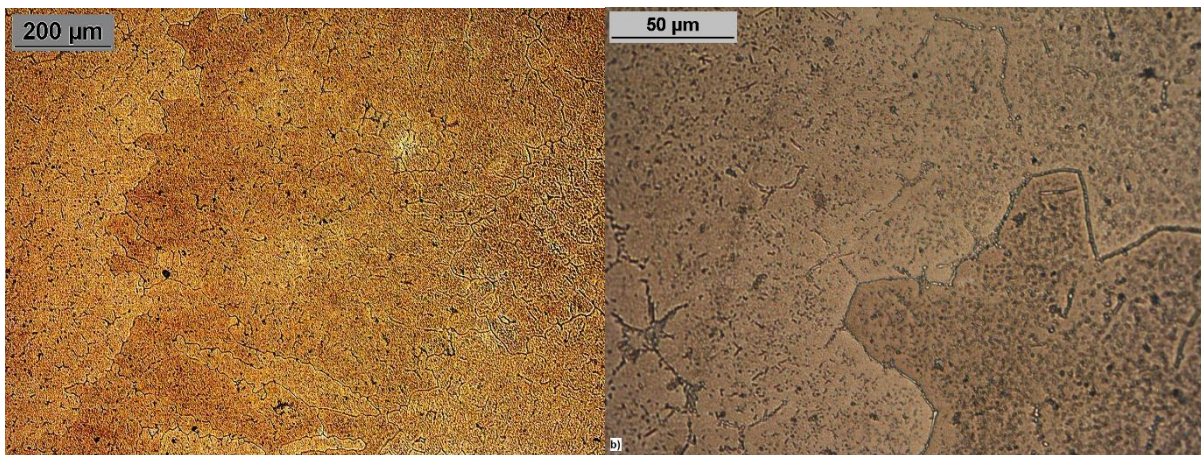


Figura 12: Microestructura muestra M6 aleación FeCrNiAlNb directa de colada, tamaño medio de grano de 70 μ m a) aumento 100x b) aumento 500x.

La figura 13 muestra la microestructura de la aleación posterior a laminación (1130°C, reducción 58% y tiempo de empape 1h) y solubilización a 1300°C (3h), se aprecian granos ferríticos alargados típicos del tratamiento de laminación, además de precipitados elípticos en la matriz y en límites de grano.

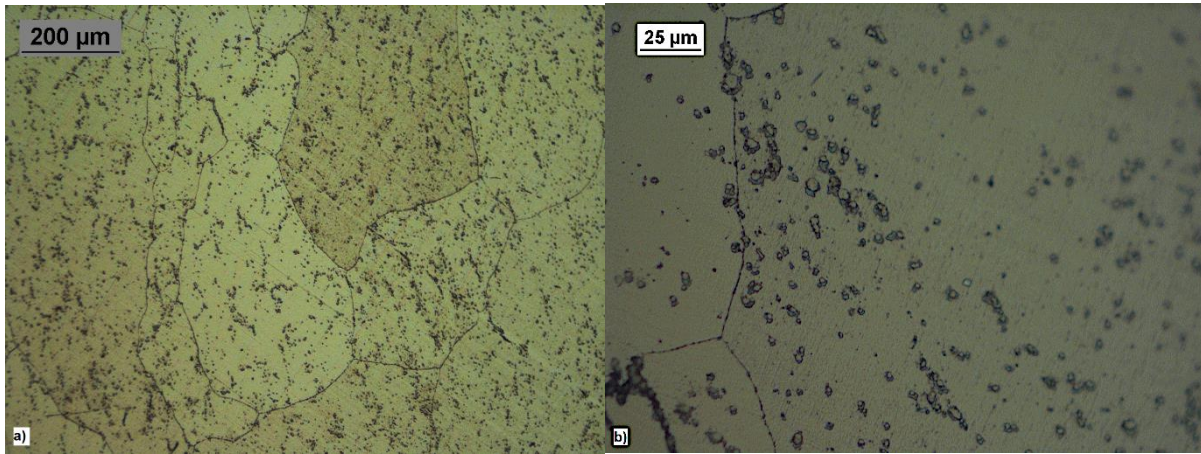


Figura 13: Microestructura muestra M3 aleación FeCrNiAlNb posterior a laminación (1130°C, reducción 58% y tiempo de empape 1h) y solubilización a 1300°C (3h), tamaño medio de grano de 311μm, a) aumento 100x b) aumento 500x.

La figura 14 muestra la microestructura de la aleación posterior a laminación (1130°C, reducción 58% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650° por 2 horas, se aprecian granos ferríticos alargados típicos del tratamiento de laminación, además de precipitados elípticos en la matriz y en límites de grano.

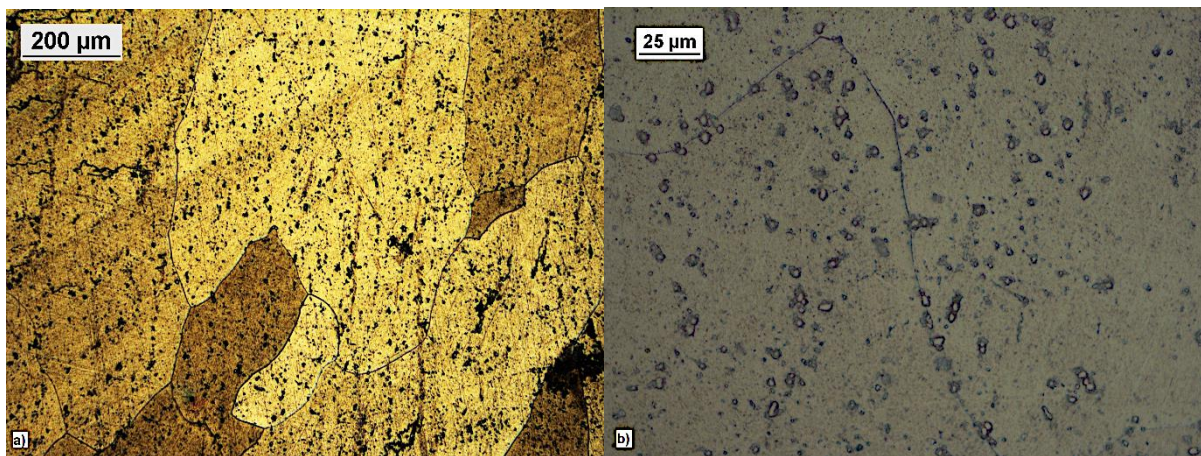


Figura 14: Microestructura muestra M11 aleación FeCrNiAlNb posterior a laminación (1130°C, reducción 58% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650°C (2h), tamaño medio de grano de 286μm a) aumento 100x b) aumento 500x.

La figura 15 muestra la microestructura de la aleación posterior a laminación (1130°C, reducción 58% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650° por 4 horas, se aprecian granos ferríticos alargados típicos del tratamiento de laminación, además de precipitados elípticos en la matriz y en límites de grano.

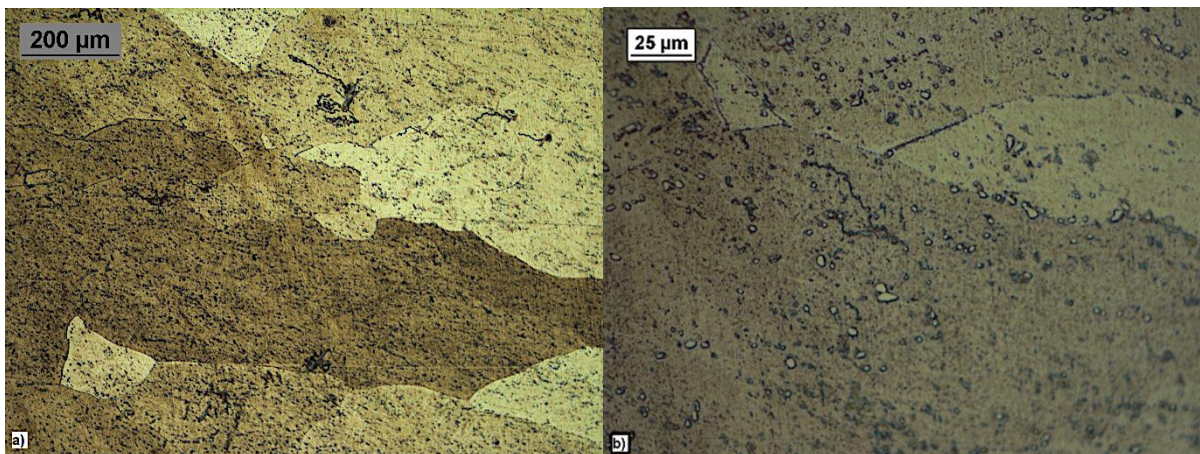


Figura 15: Microestructura muestra M12 aleación FeCrNiAlNb posterior a laminación (1130°C, reducción 58% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650°C (4h), tamaño medio de grano de 322μm a) aumento 100x b) aumento 500x.

Considerando las muestras tratadas de FeCrNiAlNb, se observa homogeneidad en cuanto al tamaño de los precipitados. Sin embargo, la distribución espacial es algo heterogénea, ya que se pueden identificar zonas con una mayor densidad de precipitados.

Para la muestra directa de colada en la figura 16, se encuentra gran segregación de Nb en la interfaz de la dendrita, de igual manera, también se aprecian otras zonas de acumulación de Nb, que podrían tratarse de dislocaciones, lo cual frecuentemente ocurre en aleaciones ferríticas (70). En aceros ferríticos inoxidables con Nb, suelen precipitar carburos del tipo M_6C ricos en Nb, por lo cual, las zonas ricas en Nb y C en la matriz podrían indicar que son, justamente, ese tipo de precipitados (71).

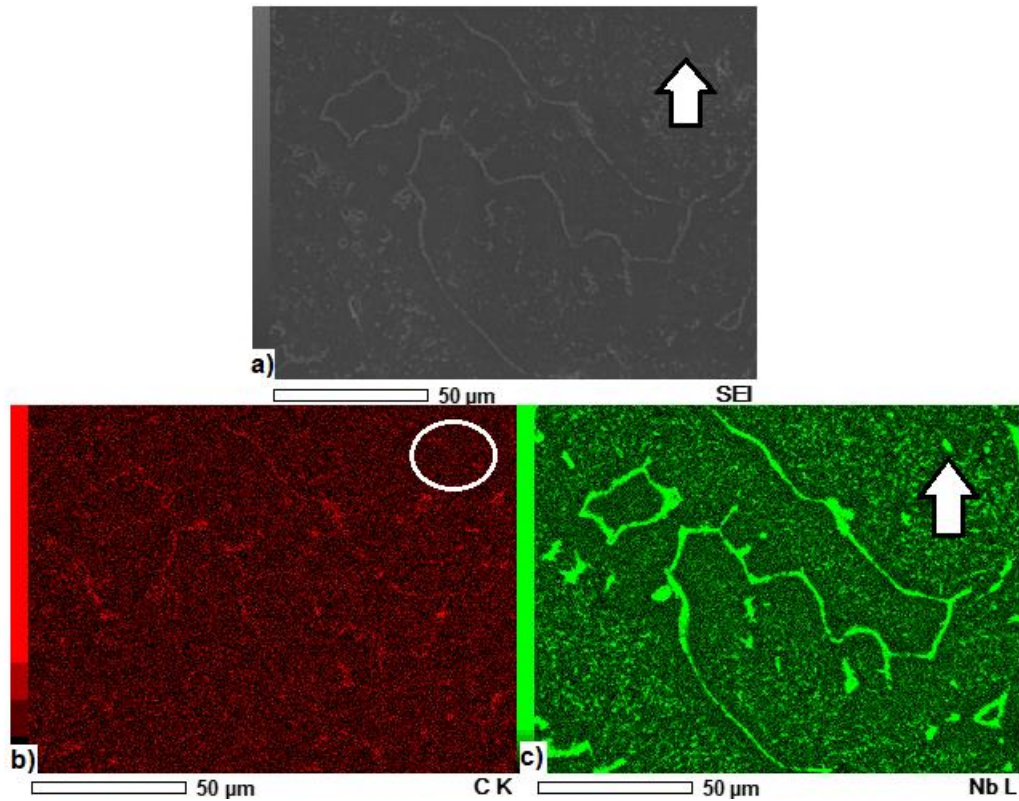


Figura 16: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido tomada a muestra M6, aleación FeCrNbNiAl sin tratamientos térmicos, b) y c) mapeo de elementos de C y Nb.

En la figura 17, en la misma zona, se distinguen precipitados ricos en aluminio, concordantes con la predicción mostrada en el diagrama de fases construido en ThermoCalc, por otro lado, se presentan zonas de acumulación de Si, mientras que el Cr se encuentra completamente disuelto en la matriz.

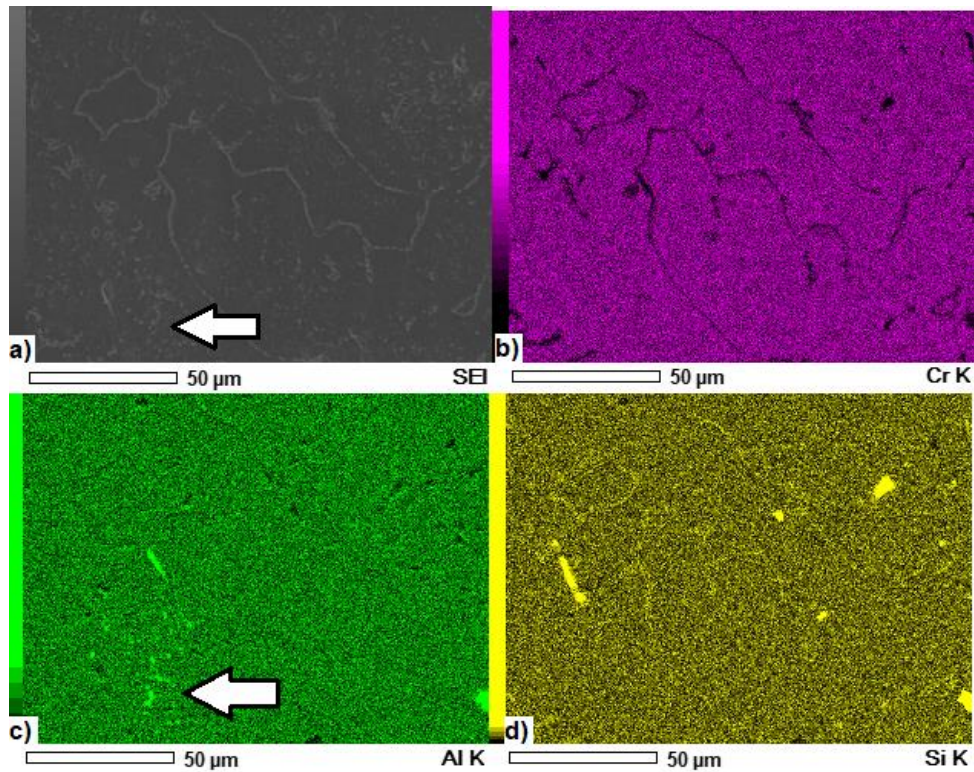


Figura 17: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido tomada a muestra M6, aleación FeCrNbNiAl sin tratamientos térmicos, b) y c) y d) mapeo de elementos de Cr, Al y Si.

En la figura 18, se pueden apreciar zonas en la muestra laminada y solubilizada con notables diferencias de densidad de precipitados. Es evidente la presencia de precipitados tanto en la matriz como en los límites de grano, así como alrededor de precipitados de mayor tamaño.

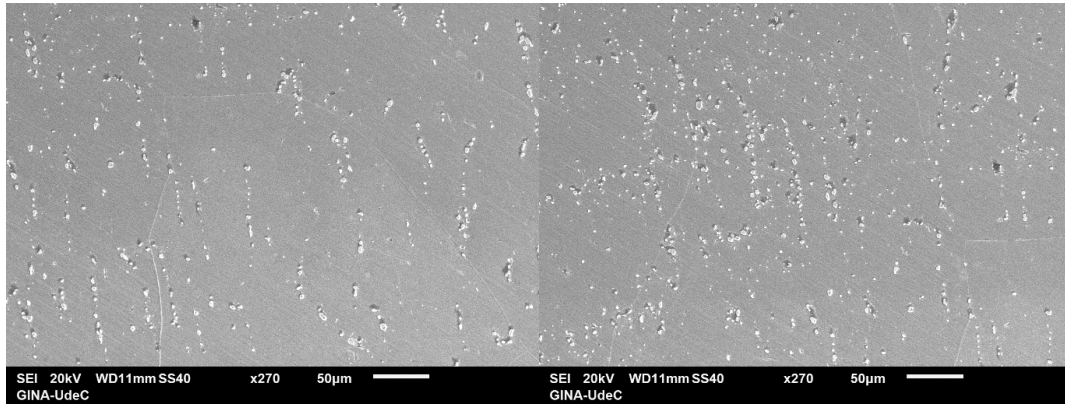


Figura 18: Imágenes de microscopía electrónica de barrido tomada a muestra M3, Aleación FeCrNbNiAl laminada y solubilizada.

En la figura 19, se exhibe una zona de segregación de aluminio hacia las cavidades, donde, también existe segregación de Nb.

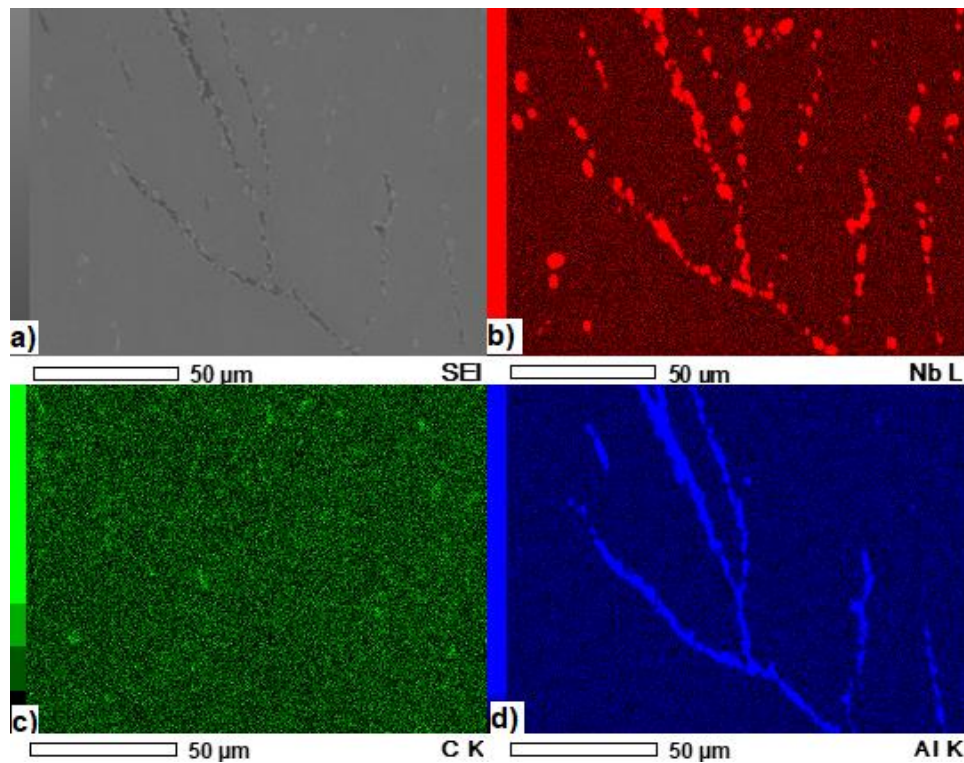


Figura 19: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M3, b), c) y d) mapeo de elementos.

Sin embargo, en contraste con lo observado en la zona anterior, en el mapeo de elementos de la figura 20, en otra zona, en la mayoría de los precipitados se presenta acumulación de Nb y C, y muy poca acumulación de aluminio.

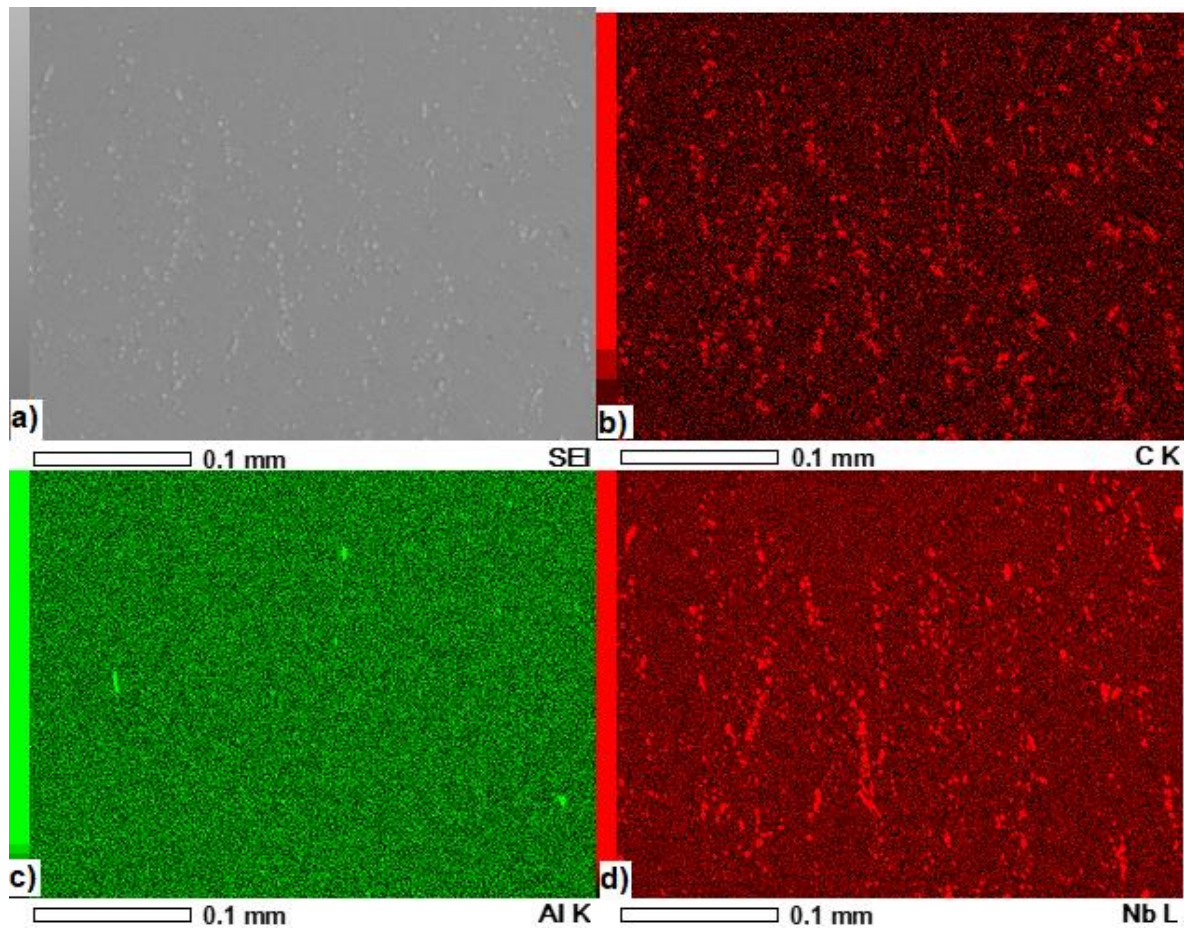


Figura 20: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M3, b), c) y d) mapeo de elementos.

En la figura 21, correspondiente a la muestra recocida durante 2 horas, también se pueden apreciar zonas con notables diferencias en la densidad de precipitados. Es claramente observable la presencia de precipitados tanto en la matriz como en los límites de grano, así como alrededor de los precipitados de mayor tamaño.

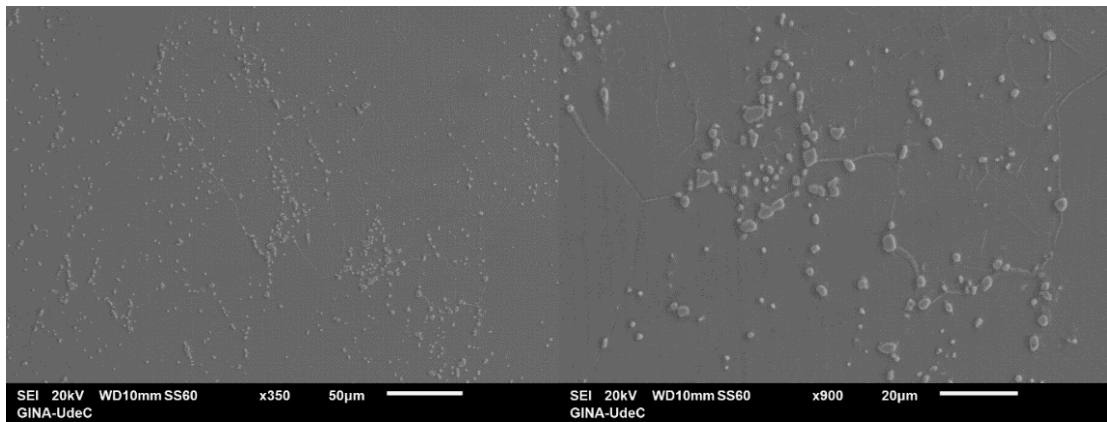


Figura 21: Imágenes de microscopía electrónica de barrido tomada a muestra M11, Aleación FeCrNbNiAl con recocido de 2 horas.

Mediante el mapeo de elementos en la figura 22, se distinguen precipitados ricos en Nb sin presencia de carbono, lo que sugiere la formación de la fase laves del tipo (Fe_2Nb). Por otro lado, se distingue en precipitados segregación de aluminio.

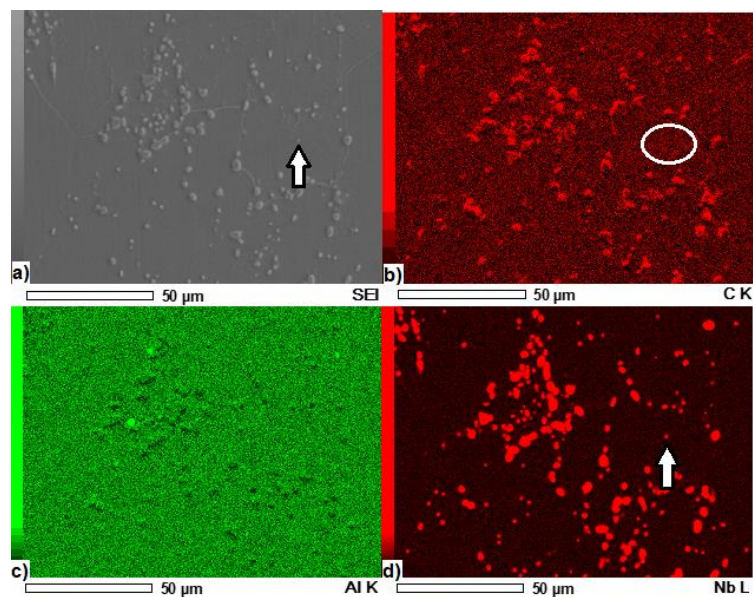


Figura 22: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M11, b), c) y d) mapeo de elementos.

Para la muestra con recocido 4 horas en la figura 23, se presentan precipitados en la matriz y en límites de grano. En general la microestructura es bastante similar a la obtenida con el recocido de 2 horas.

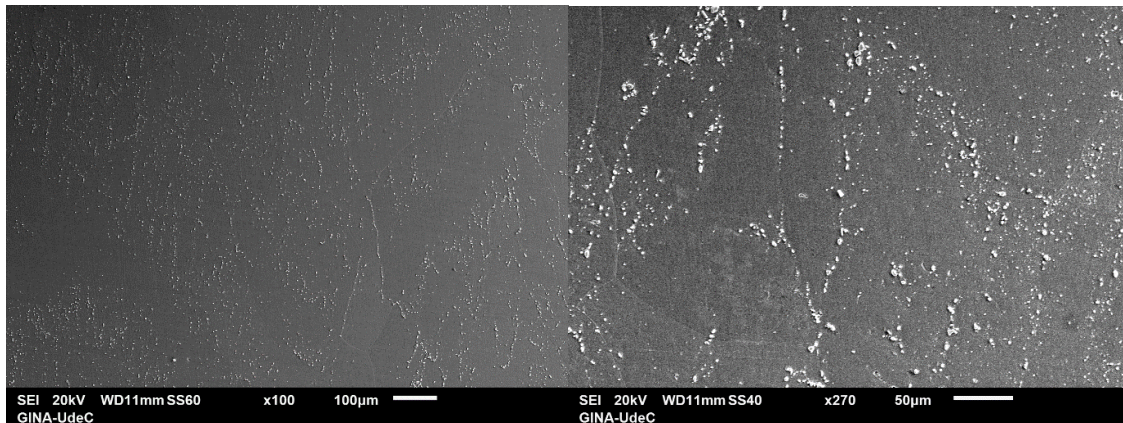


Figura 23: Imágenes de microscopía electrónica de barrido tomada a M12, Aleación FeCrNbNiAl con recocido de 4 horas.

En la figura 24 se aprecian precipitados ricos en Nb sin presencia de carbono y con Fe, sugiriendo una composición similar a la de la fase Laves, además, en la zona analizada, el aluminio se encuentra completamente disuelto en la matriz (pueden existir otras zonas en las que sí se presente acumulación), a diferencia del Nb que sigue segregado en el límite de grano.

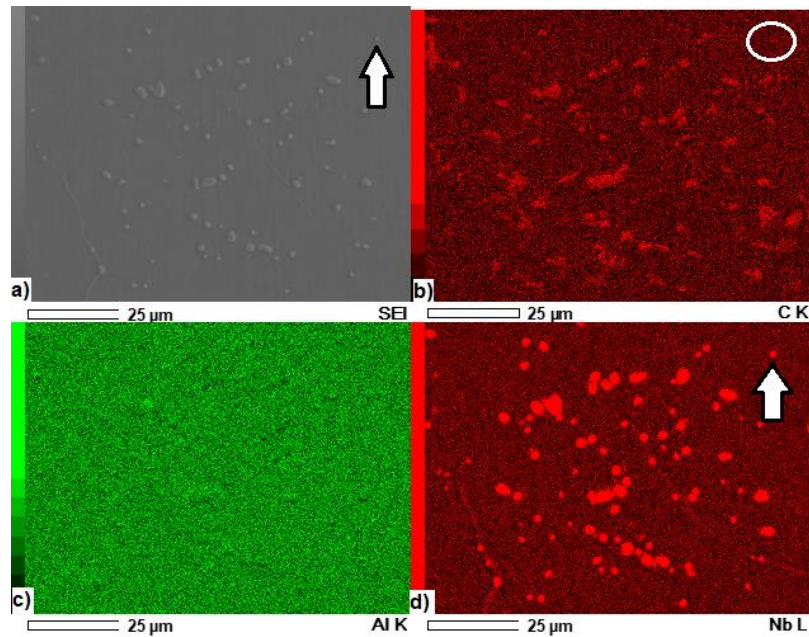


Figura 24: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M12, b), c) y d) mapeo de elementos.

En su conjunto, las muestras laminadas, presentan precipitados ricos en Nb y C de mayor grosor, por lo cual, se desprende que los tratamientos produjeron un engrosamiento de carburos, además, se eliminó la segregación. Por otro lado, en estudios previos se ha observado que durante el recocido de precipitación, la formación de la fase Laves (precipitados ricos en Nb) puede ocurrir a expensas de la disolución progresiva de precipitados M_6C (Fe_3Nb_3C) (72). En este caso particular, es posible que esto haya ocurrido a través de la disolución de algunos carburos de este tipo de menor tamaño, simultáneamente con el engrosamiento de otros.

5.3.2 Aleación FeCrNiAlTi

La figura 25 muestra la microestructura de la aleación directa de colada, se aprecian dendritas de fase ferrita y una distribución irregular de precipitados. En la figura 26 es clara la formación de granos alargados consecuentes con el tratamiento de laminación y solubilización, por otro lado, también se exhibe una distribución más homogénea de precipitados. Con relación al tratamiento de recocido de 2 y 4 horas, en las figuras 27 y 28, respectivamente, se destaca que los precipitados presentes son más finos y tienden a formarse en el límite de grano, al ser una zona con mayor energía es un sitio de nucleación preferente.

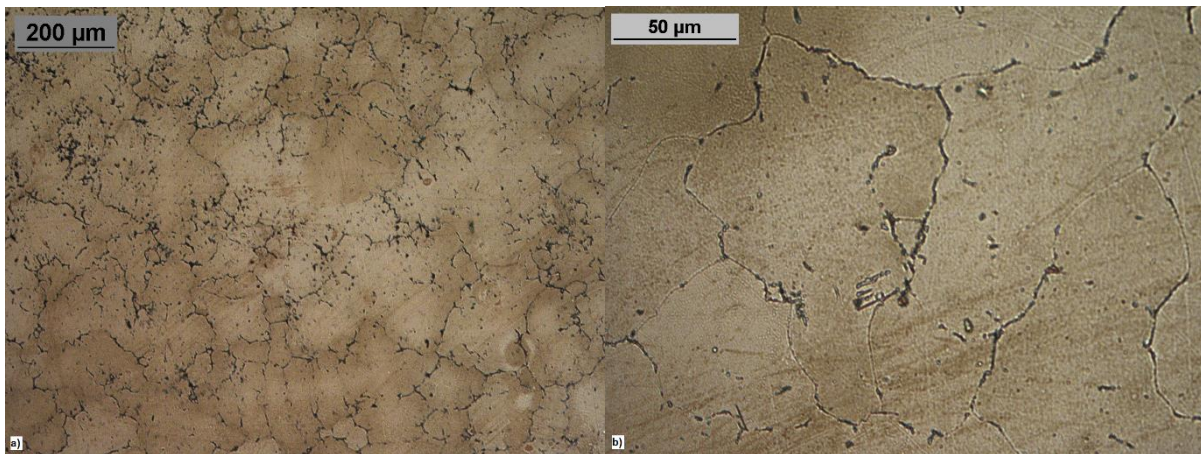


Figura 25; Microestructura muestra M28 aleación FeCrNiAlTi directa de colada, tamaño medio de grano de 160μm a) aumento 100x b) aumento 500x.

La figura 26 muestra la microestructura de la aleación posterior a laminación (1130°C, reducción 65% y tiempo de empape 1h) y solubilización a 1300°C (3h), se aprecian granos ferríticos alargados típicos del tratamiento de laminación, además de gran cantidad de precipitados elípticos en la matriz.

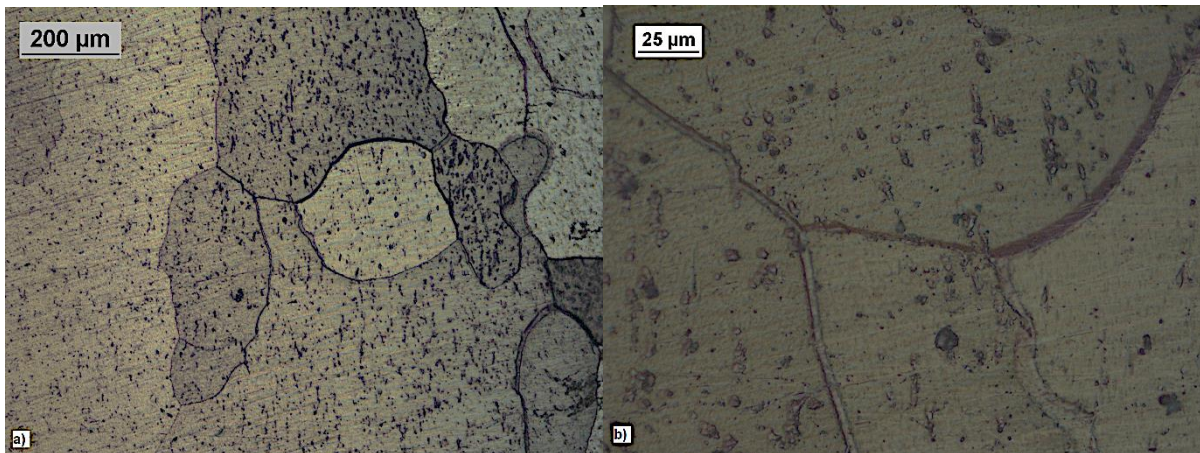


Figura 26: Microestructura muestra M18 aleación FeCrNiAlTi posterior a laminación (1130°C, reducción 65% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1200°C (3h), tamaño medio de grano de 410µm, a) aumento 100x, b) aumento 500x.

La figura 27 muestra la microestructura de la aleación posterior a laminación (1130°C, reducción 65% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650° por 2 horas, se aprecian granos ferríticos alargados típicos del tratamiento de laminación, además de precipitados elípticos en la matriz y de menor tamaño en límites de grano.

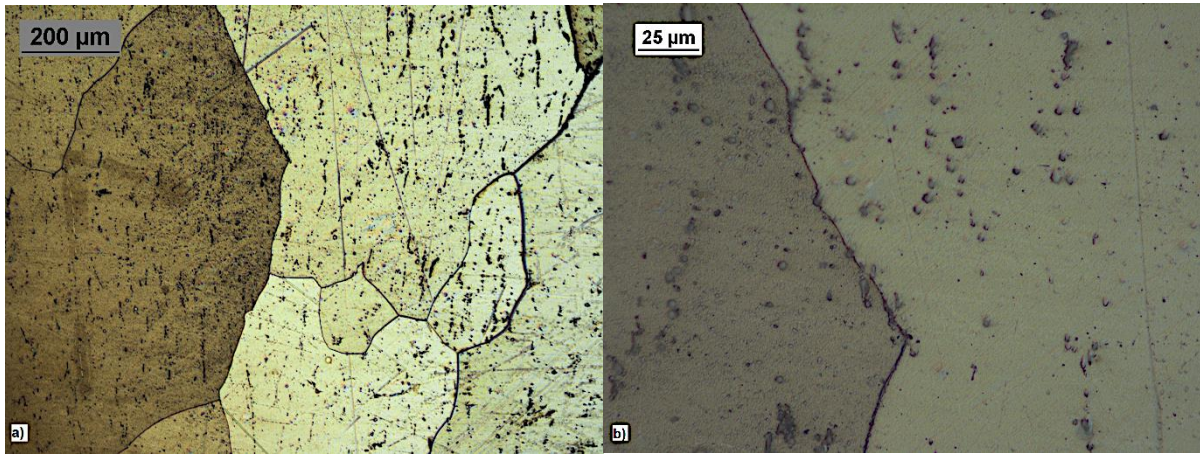


Figura 27: Microestructura muestra M24 aleación FeCrNiAlTi posterior a laminación (1130°C, reducción 65% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1200°C (3h) y recocido a 650°C (2h), tamaño medio de grano 420 μm a) aumento 100x b) aumento 500x.

La figura 28 muestra la microestructura de la aleación posterior a laminación (1130°C, reducción 65% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650° por 4 horas.

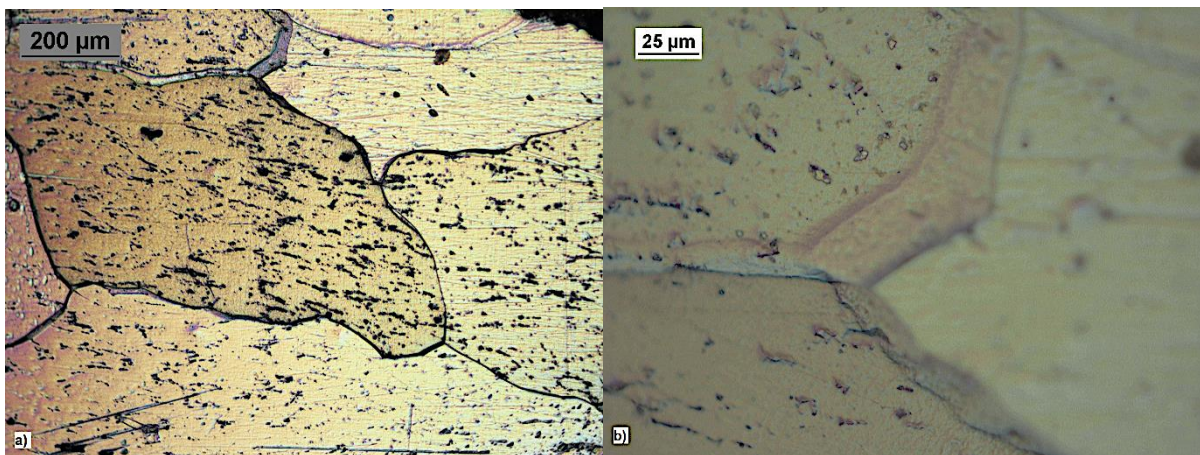


Figura 28: Microestructura muestra M25 aleación FeCrNiAlTi posterior a laminación (1130°C, reducción 65% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1200°C (3h) y recocido a 650°C (4h), tamaño medio de grano 445 μm, a) aumento 100x, b) aumento 500x.

En la figura 29, se puede observar en la muestra directa de colada la presencia de precipitados ricos en Ti, que no presentan presencia de carbono y muestran la presencia de Fe, lo cual podría indicar la presencia de la fase Laves (Fe_2Ti) en la composición. Sin embargo, dado que la solidificación es un proceso fuera de equilibrio, es probable que la fase Laves no esté presente. Además, se puede apreciar acumulación de titanio en los precipitados, así como segregación de titanio en la interfaz de la dendrita.

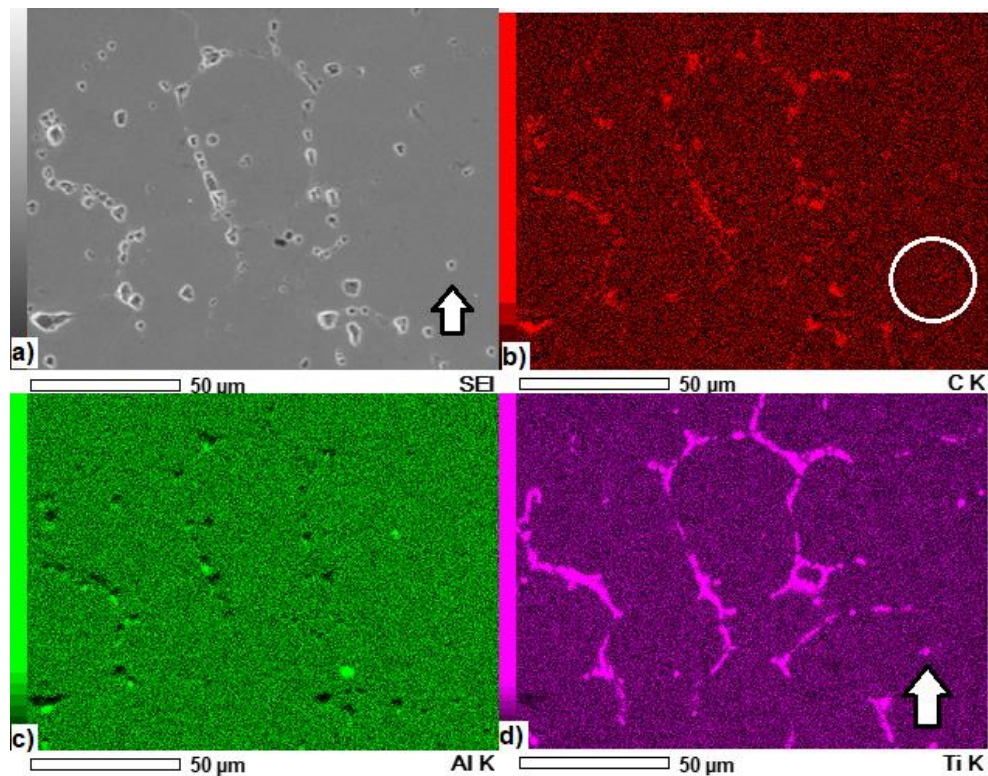


Figura 29: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido tomada a muestra M28, aleación FeCrTiNiAl sin tratamientos térmicos, b) y c) mapeo de elementos de C y Ti.

Para la muestra laminada y solubilizada en la figura 30, se presentan precipitados en la matriz y, escasamente, en límites de grano. Se aprecian precipitados ricos en Ti sin presencia de carbono y con Fe, indicando una composición similar a la correspondiente a la fase Laves (Fe_2Ti). Es importante señalar que, aunque la composición de estos precipitados es similar a la fase Laves (Fe_2Ti), no se puede

confirmar con certeza que sean efectivamente esta fase, ya que, esto podría explicarse por el hecho de que los precipitados ricos en Ti identificados en la muestra de colada posiblemente no se disolvieron por completo y quedaron como remanentes en la muestra por otro lado, no se distinguen precipitados de aluminio, lo cual es coherente con la predicción hecha en ThermoCalc. Es probable que la mayoría de los precipitados sean carburos o nitruros de Ti.

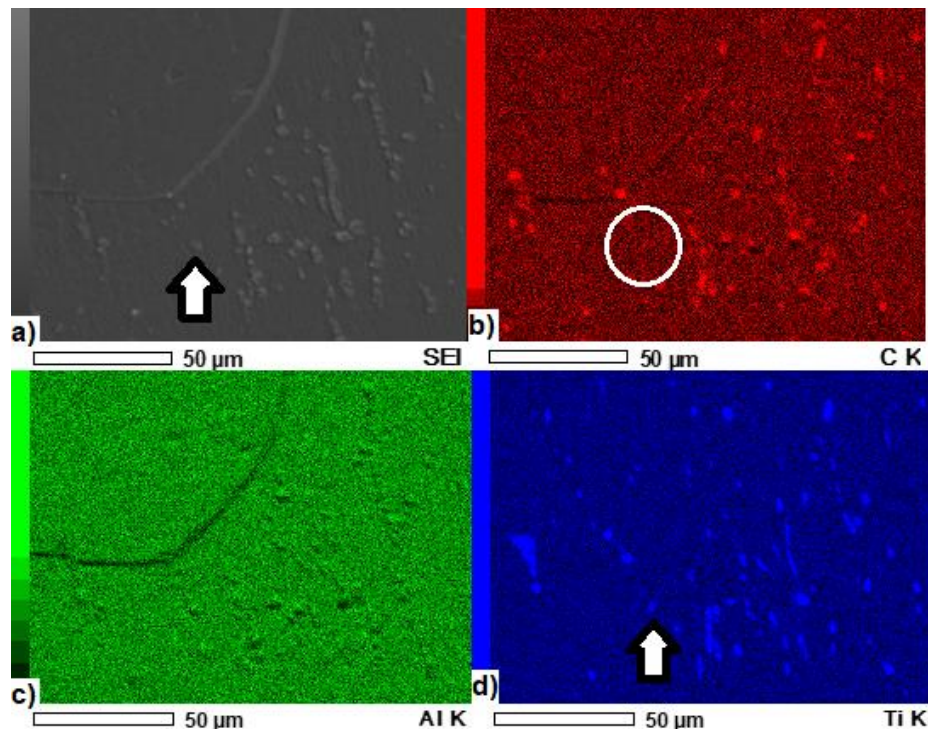


Figura 30: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M18, b), c) y d) mapeo de elementos.

Para la muestra laminada, solubilizada y con recocido de 2 horas en la figura 31, se presentan precipitados en la matriz y en límite de grano, se observan precipitados ricos en Ti sin presencia de carbono, indicando una composición similar a la esperada para la fase laves (Fe_2Ti), además, se aprecia acumulación de aluminio y carbono en la zona aledaña al límite de grano, por otro lado, existe gran

cantidad de precipitados ricos en carbono y sin titanio, por lo cual, podría tratarse de otro tipo de carburos.

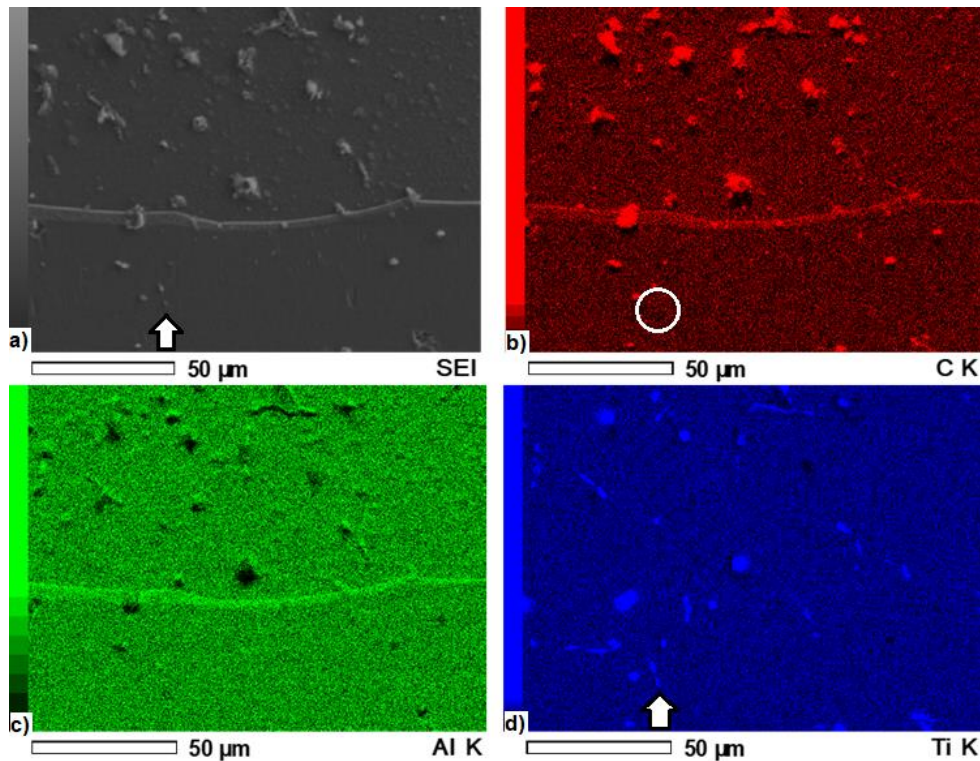


Figura 31: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M24, b), c) y d) mapeo de elementos.

Para la muestra laminada, solubilizada y con recocido de 4 horas en la figura 32, se presentan precipitados en la matriz y en límite de grano, se observan precipitados ricos en Ti sin presencia de carbono, indicando una composición similar a la esperada para la Fase Laves (Fe_2Ti), además, a diferencia de lo indicado en la muestra con recocido de 2 horas, el aluminio y el carbono no se encuentran acumulados cerca del límite de grano.

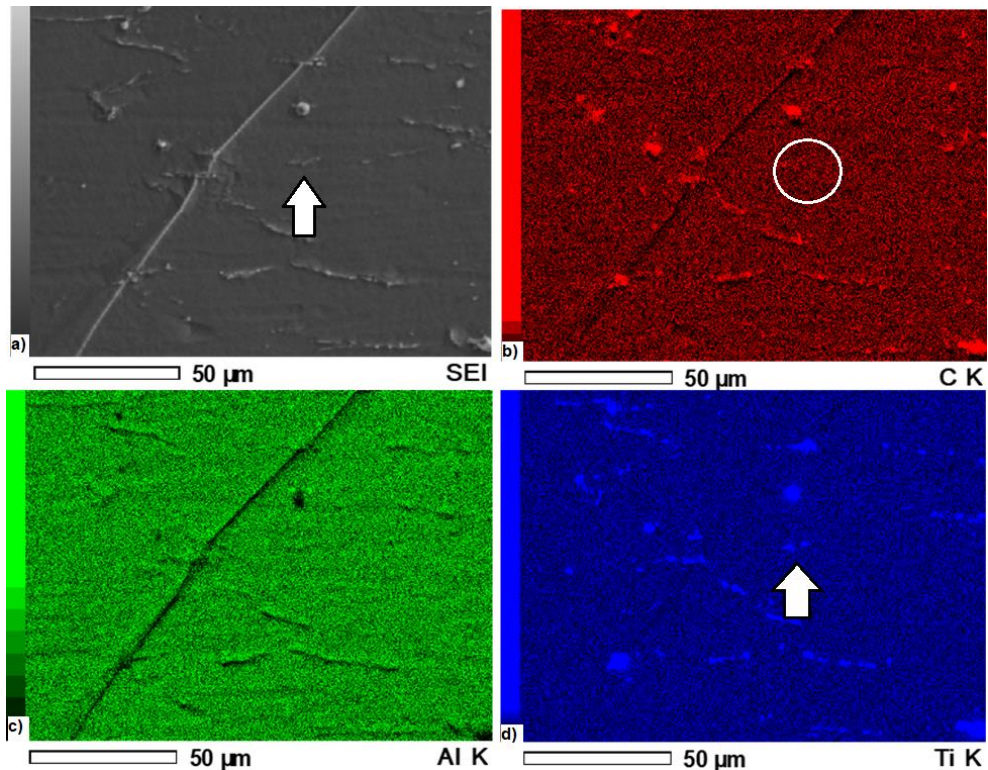


Figura 32: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M25, b), c) y d) mapeo de elementos.

En todas las muestras analizadas, se aprecia que, la mayoría de los precipitados presentes, son ricos en Ti y C, pudiendo indicar la composición de carburos o carbonitruros de titanio, los cuales, se forman debido a que el Ti posee una afinidad más fuerte con el N y C que el Fe y el Cr (73), además, esto es consistente con los resultados de la modelación.

5.3.3 Aleación FeCrNiAlMo

Es claro el efecto de la laminación en la formación de granos de alargados (figuras 34, 35 y 36) en comparación con la muestra sin tratar, en la que predomina la morfología dendrítica (ver figura 33), por otro lado, se aprecia claramente una mayor cantidad de precipitados en la muestra directa de colada en la figura 33 que en las demás (figuras 34, 35 y 36), lo cual se debe, a que el tratamiento de laminación

junto al de solubilización que produjo la disolución de algunos precipitados y, probablemente, redujo la segregación de elementos. En relación con el efecto del recocido de 2 y 4 horas, no se distinguen mayores cambios, por lo cual, en este caso no se pueden sacar conclusiones de su efecto sin considerar el análisis de microscopía electrónica de barrido.

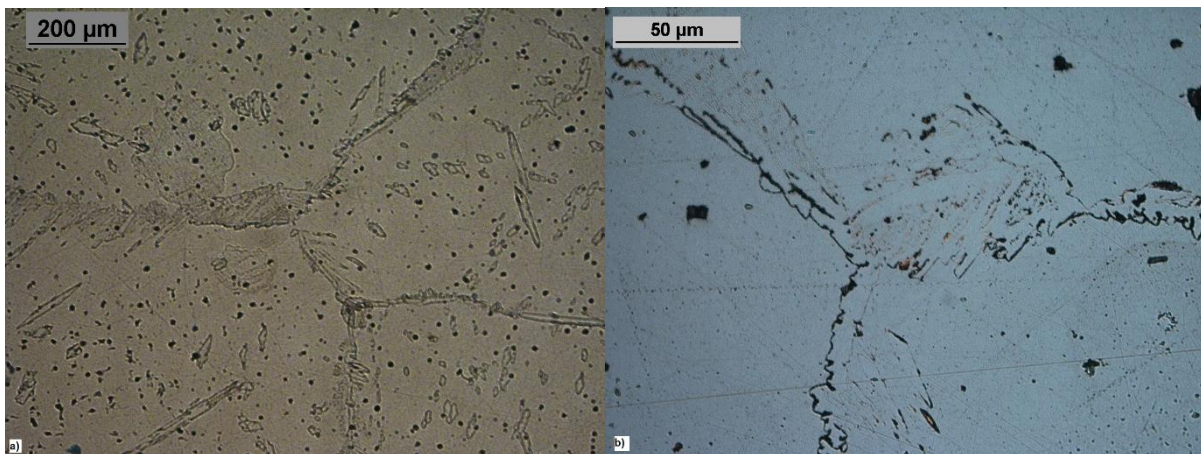


Figura 33: Microestructura muestra 42 aleación FeCrNiAlMo directa de colada, tamaño medio de grano de $520\mu\text{m}$ a) aumento 100x b) aumento 500x.

La figura 34 muestra la microestructura de la aleación posterior a laminación (1130°C , reducción 68% y tiempo de empape 1h) y solubilización a 1300°C (3h), se aprecian granos ferríticos, poliédricos, con escasos precipitados elípticos en la matriz.

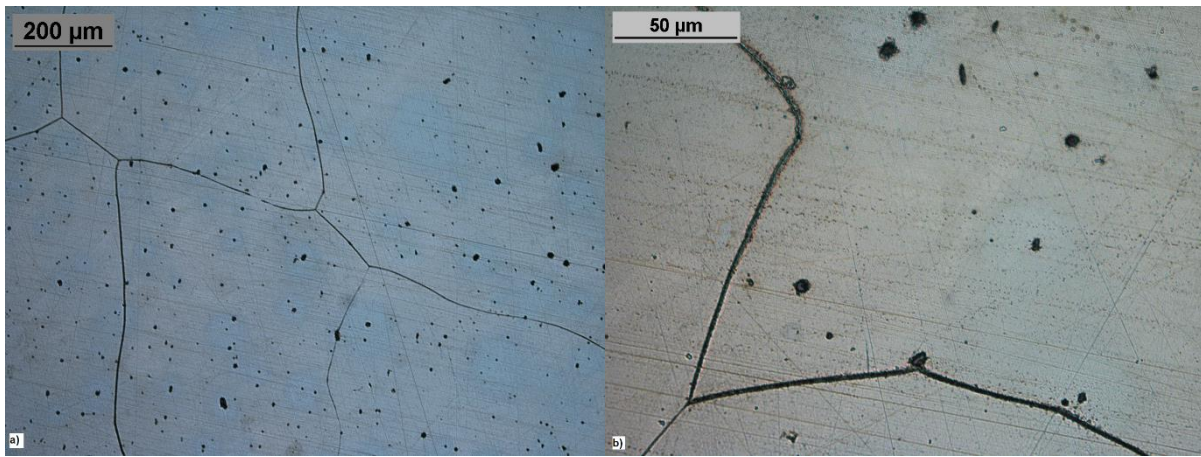


Figura 34: Microestructura muestra M32 aleación FeCrNiAlMo posterior a laminación (1130°C, reducción 68% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h), tamaño medio de grano de 510μm a) aumento 100x b) aumento 500x.

La figura 35 muestra la microestructura de la aleación posterior a laminación (1130°C, reducción 68% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650°C (2h), se aprecian granos ferríticos poliédricos con precipitados elípticos en la matriz.

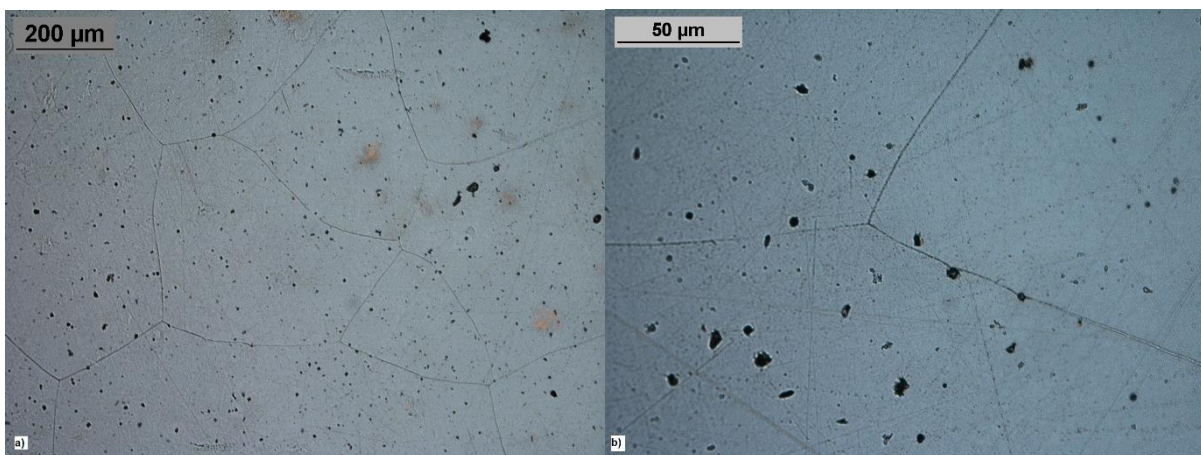


Figura 35: Microestructura muestra M38 aleación FeCrNiAlMo posterior a laminación (1130°C, reducción 68% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650°C (2h), tamaño medio de grano de 410μm a) aumento 100x b) aumento 500x.

La figura 36 muestra la microestructura de la aleación posterior a laminación (1130°C, reducción 68% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650°C (2h), se aprecian granos ferríticos poliédricos con precipitados elípticos en la matriz.

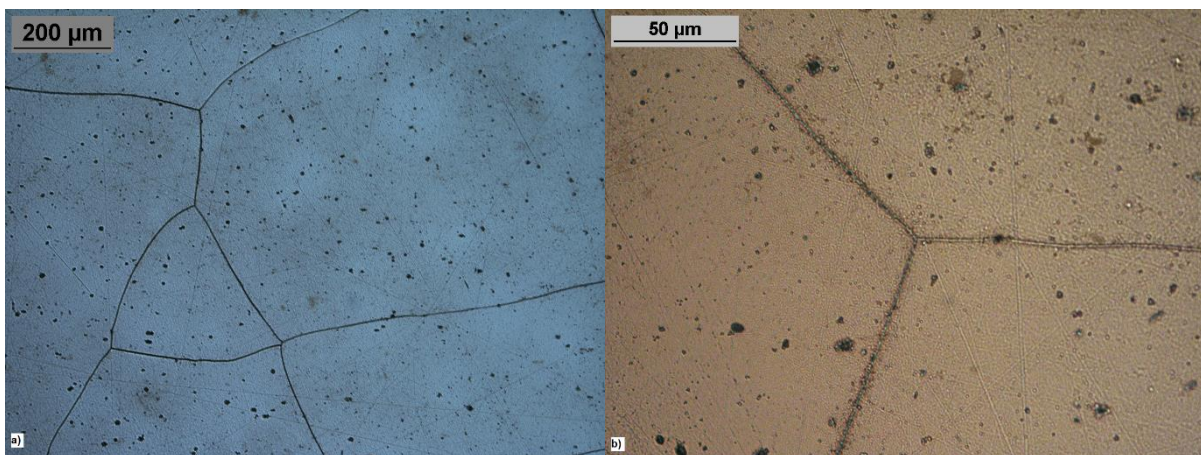


Figura 36: Microestructura muestra M39 aleación FeCrNiAlMo, posterior a laminación (1130°C, reducción 68% y tiempo de empape 1h), solubilización a 1300°C (3h) y recocido a 650°C (4h), tamaño medio de grano de 630μm a) aumento 100x b) aumento 500x.

En general, al observar todas las muestras de FeCrNiAlMo, se aprecia una irregularidad tanto en la distribución como en el tamaño de los precipitados. Se pueden identificar zonas con una concentración numérica más alta de precipitados, además de la presencia de precipitados de tamaños muy diversos.

Para la muestra directa de colada en la figura 37, las observaciones sugieren segregación de cromo en los límites interdendríticos, lo cual probablemente llevo a la formación de carburos de Cromo. Por otro lado, se encontraron precipitados de aluminio y no se logro identificar artículos con la composición de la fase laves para esta aleación (Fe_2Mo). En el caso del Si las imágenes indican que este elemento se encuentra completamente disuelto en la matriz.

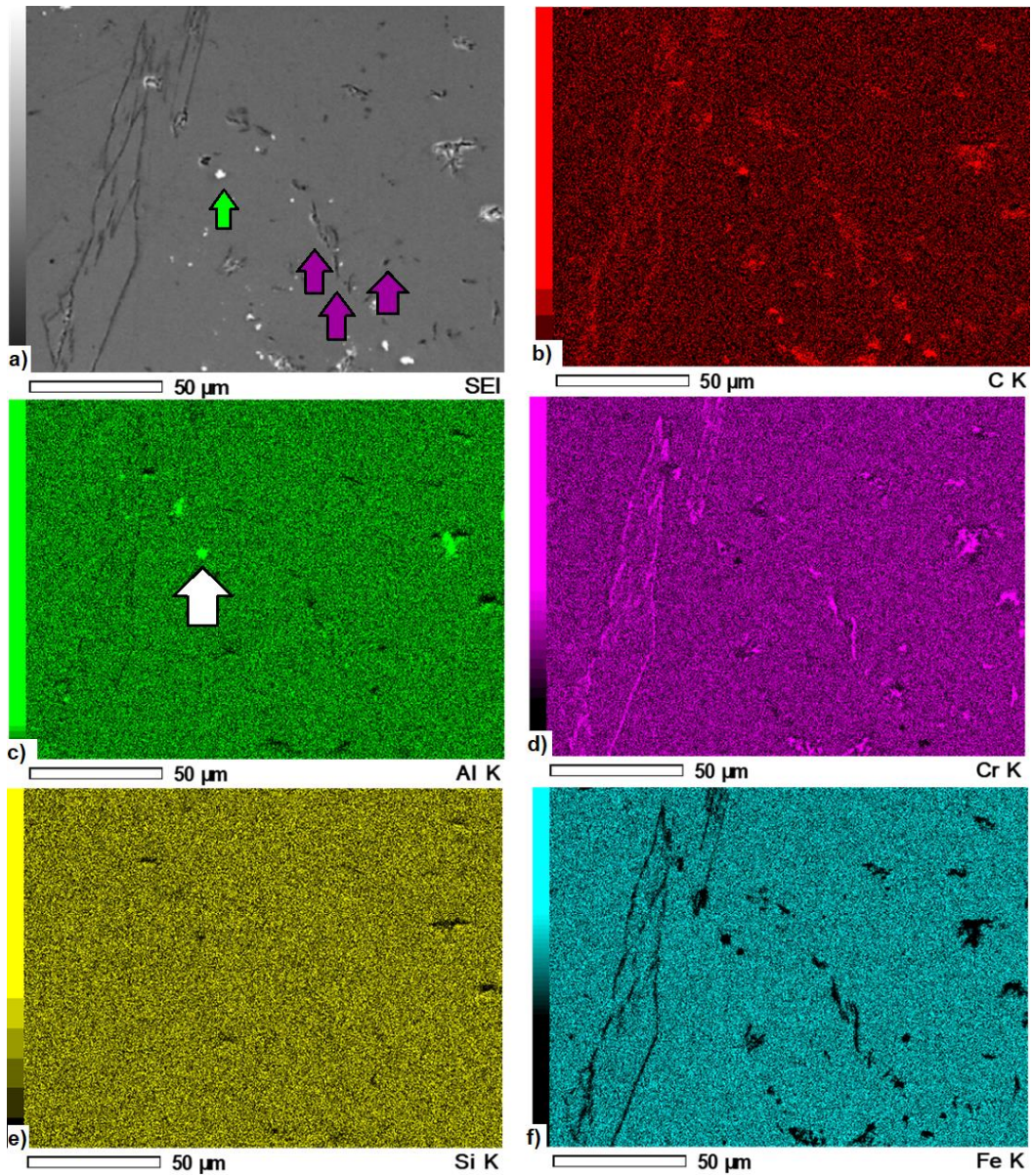


Figura 37: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M42, b), c), d), e), y f) mapeo de elementos.

Para la muestra laminada y solubilizada en la figura 38, se presentan precipitados ricos en carbono y precipitados de aluminio, es claro que, el solubilizado produjo que los carburos de cromo se disuelvan

completamente en la matriz, no se observan precipitados con la composición de fase laves para esta aleación (Fe_2Mo), ya que el molibdeno también se encuentra completamente disuelto en la matriz.

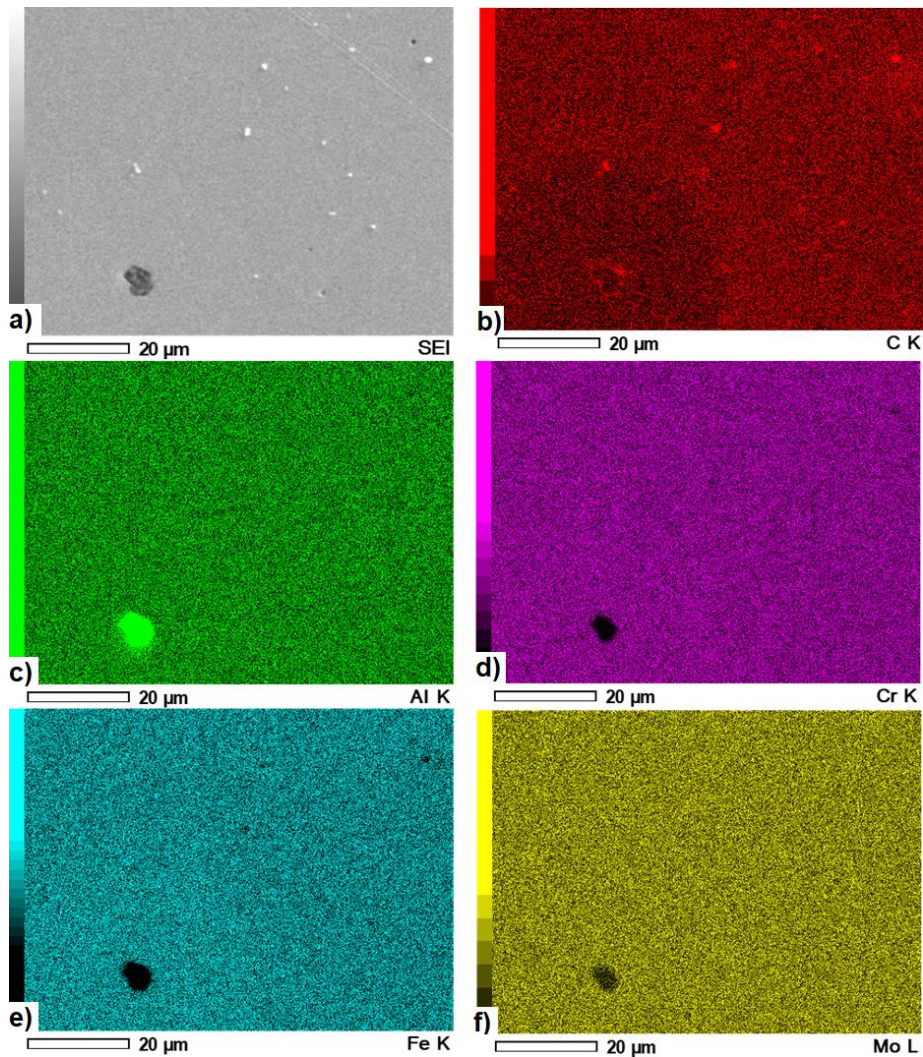


Figura 38: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M32, b), c), d), e), y f) mapeo de elementos.

En la figura 39, se aprecia acumulación de cromo en el límite de grano, así, es claro que la segregación se mantuvo a pesar del solubilizado.

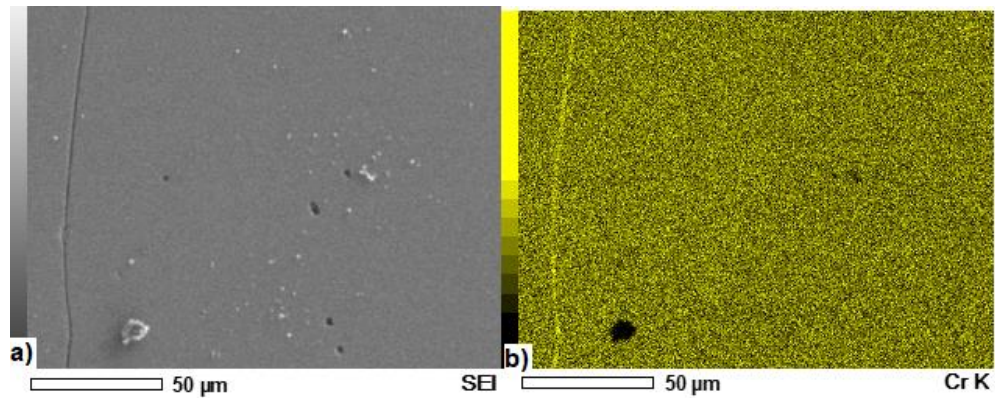


Figura 39: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M32, b) mapeo de elementos.

Para la muestra laminada, solubilizada y con recocido de 2 horas en la figura 40, se presentan precipitados de aluminio en la matriz y en límites de grano, es claro que el recocido no provocó la nucleación de precipitados de fase laves, pero sí corrigió la acumulación de cromo en límites de grano.

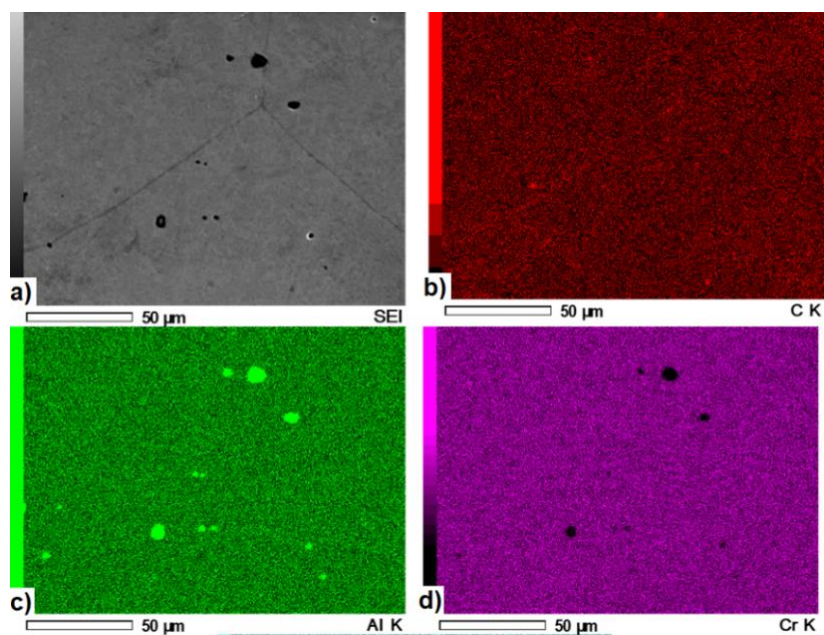


Figura 40: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M38, b), c) y d) mapeo de elementos.

Para la muestra laminada, solubilizada y con recocido de 4 horas en la figura 41, se presentan precipitados de aluminio en la matriz. La microestructura es prácticamente igual a la observada en la figura 41 con recocido de dos horas, sólo que con mayor segregación de carbono hacia los límites de grano.

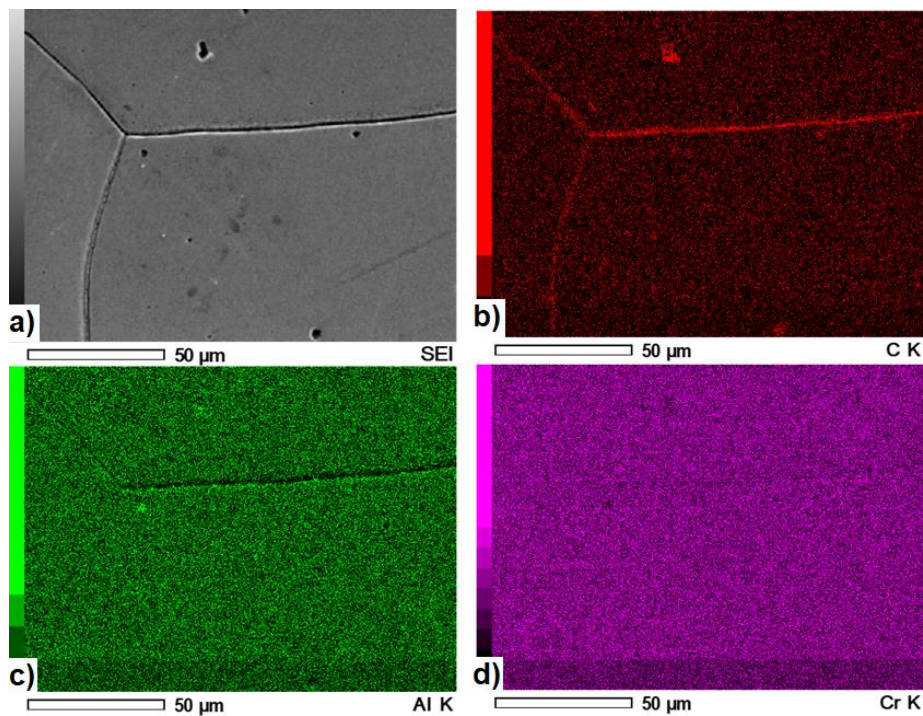


Figura 41: a) Imagen de microscopía electrónica de barrido muestra M39, b), c) y d) mapeo de elementos.

En general, en las muestras tratadas, los precipitados de aluminio son de mayor tamaño que los precipitados ricos en carbono. Además, la fracción volumétrica de precipitados es muy baja en comparación a las demás aleaciones, lo cual, se condice con el efecto del Mo para sistemas similares a este (74). Por otro lado, los precipitados que se muestran ricos en carbono no muestran una acumulación evidente de Fe o Cr, pero, aun así, podría asumirse que son carburos del tipo $M_{23}C_6$ considerando los resultados de la modelación y los resultados obtenidos en aceros similares con Mo(75).

5.3.4 Caracterización química de precipitados ricos en Niobio y Titanio mediante microscopía electrónica acoplada con detector de electrones retrodispersados.

Aleación FeCrNbNiAl (BSE)

En la Figura 42 se muestra la micrografía en escala de grises de la muestra M11, acompañada del espectro BSE de un precipitado de tamaño medio y en la tabla 12 se presenta la composición de uno de los precipitados de tamaño medio analizado. Los porcentajes de hierro, cromo y niobio en el precipitado están dentro de los rangos esperados para los carburos $M_{23}C_6$ o MC_6 . La presencia de aluminio en el precipitado puede explicarse debido a que es común encontrar elementos adicionales en pequeñas cantidades en los carburos, especialmente si están presentes en la matriz del material. Así, estos resultados respaldan que los carburos identificados sean del tipo mencionado.

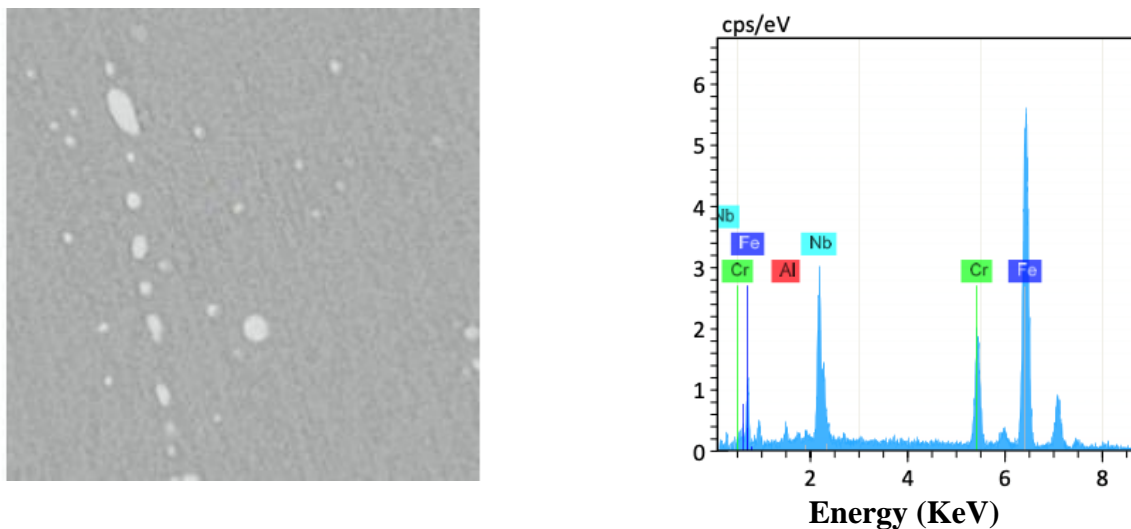


Figura 42: Micrografía en escala de grises y espectro BSE de precipitado de tamaño medio en muestra M11.

Tabla 12: Composición química obtenida mediante BSE de precipitado de tamaño medio en M11.

Elemento	Masa (%)	Atómico (%)

Al	1.10	2.75
Cr	11.41	14.81
Fe	55.19	66.73
Nb	21.60	15.70

En la Figura 43 se muestra el espectro BSE de un precipitado de mayor tamaño. Considerando que la estequiometría común de los carburos de niobio en aceros ferríticos es de 1:1 entre el niobio y el carbono, en la Tabla 13 se observa una proximidad en los porcentajes atómicos entre niobio y carbono (43.59% de carbono y 49.78% de niobio). Estos valores indican una proporción muy cercana a la estequiometría de NbC. Por lo tanto, se concluye que el precipitado analizado corresponde al tipo mencionado, es decir, un carburo de niobio (NbC).

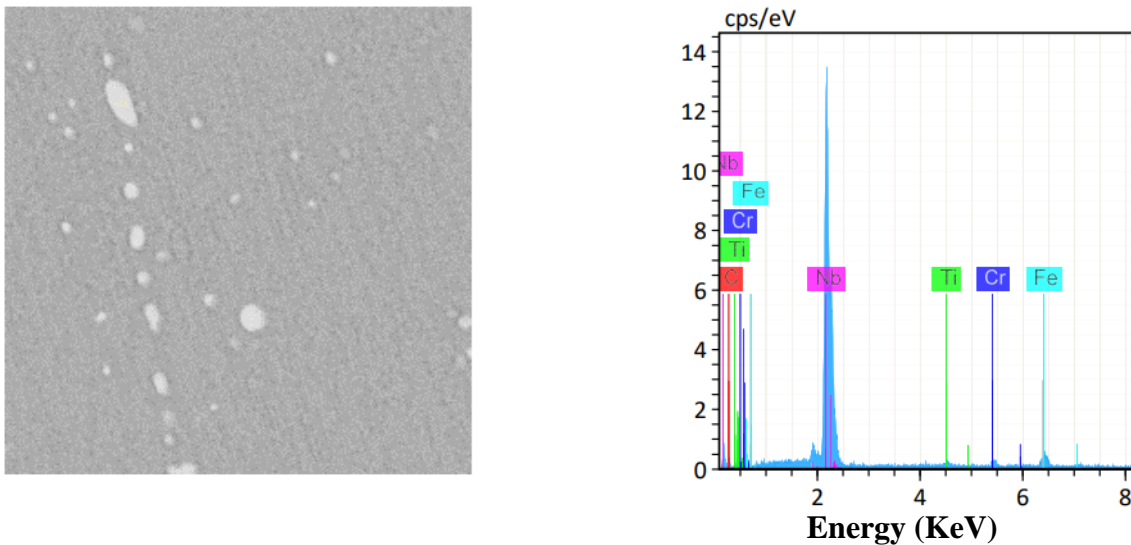


Figura 43: Micrografía en escala de grises y espectro BSE de precipitado de mayor tamaño en muestra M11.

Tabla 13: Composición química obtenida mediante BSE de precipitado de mayor tamaño en M11.

Elemento	Masa (%)	Atómico (%)
C	8.94	43.59
Ti	0.97	1.19
Cr	1.29	1.45
Fe	3.81	3.99
Nb	78.98	49.78

La Tabla 14 presenta la composición obtenida en un punto de la matriz. La Figura 44 muestra el espectro BSE de un precipitado de menor tamaño, y en la Tabla 15 se detalla su composición. Además, en la Tabla 16 se muestra la composición de un segundo precipitado con una morfología y tamaño muy similar al primero mencionado. Es importante destacar que la presencia de cromo en los precipitados puede ser explicada por la composición del acero.

Al analizar la proporción entre el hierro y el niobio en ambos casos, se observa una relación muy cercana a 2:1, con valores de 40.57:19.61 y 58.40:27.87 respectivamente. Al realizar una simplificación dividiendo por el porcentaje de Nb en cada caso, obtenemos valores aproximados de 2.07:1 y 2.09:1 respectivamente. Esta simplificación resalta aún más la similitud con la relación esperada de 2:1 para la fase laves.

En resumen, los resultados indican de manera clara que estos precipitados son de la fase Laves, lo cual se respalda tanto por los análisis anteriores como por la proporción casi exacta de 2:1 entre el hierro y el niobio en ambos casos.

Tabla 14: Composición química obtenida mediante BSE en un punto de la matriz en M11.

Elemento	Masa (%)	Átomos (%)
C	5.69	25.98
Al	1.24	2.52
Cr	11.53	12.17
Fe	59.36	58.32
Ni	1.07	1.00

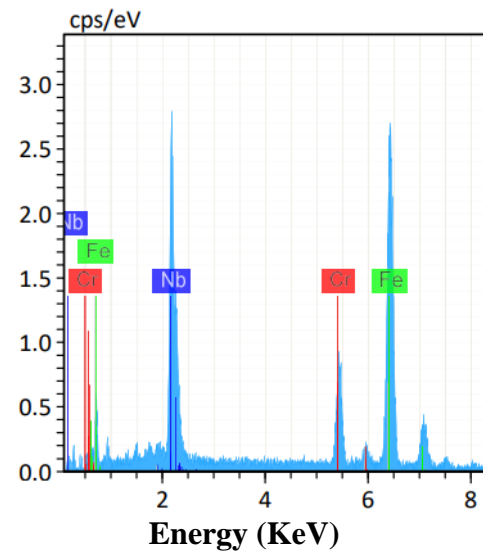
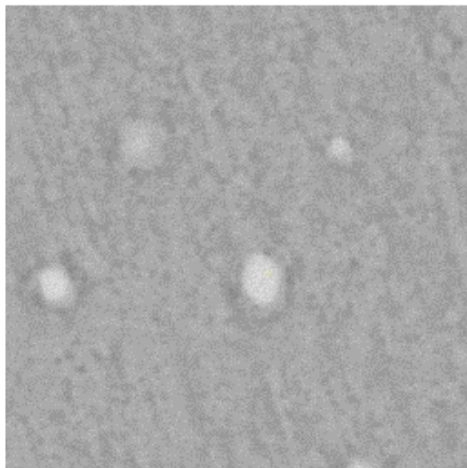


Figura 44: Micrografía en escala de grises y espectro BSE de un precipitado de menor tamaño en muestra M11.

Tabla 15: Composición química obtenida mediante BSE de un precipitado de menor tamaño en M11.

Elemento	Masa (%)	Átomos (%)
Cr	9.46	13.73
Fe	43.22	58.40

Nb	34.31	27.87
-----------	-------	--------------

Tabla 16: Composición química obtenida mediante BSE de un segundo precipitado de menor tamaño en M11.

Elemento	Masa (%)	Átomos (%)
Cr	8.94	9.61
Fe	40.55	40.57
Nb	32.60	19.61

FeCrTiNiAl (BSE)

La Figura 45 muestra el espectro BSE de un precipitado de mayor tamaño en la aleación FeCrTiNiAl, mientras que en la Tabla 17 se presenta la composición química correspondiente a dicho precipitado. Basándonos en los porcentajes atómicos obtenidos a través del análisis BSE, se puede inferir plausiblemente que el precipitado consiste en TiC (carburo de titanio). Esto se debe a la alta proporción de titanio (13.68%) en comparación con los otros elementos presentes. Cabe mencionar que la presencia de elementos como cromo (4.32%) y hierro (32.52%) también podría indicar la posible formación de otros tipos de carburos, como el TiFeCr. Sin embargo, dado que el contenido de cromo en la aleación es del 9% y el precipitado presenta un bajo porcentaje de cromo (4.32%), es menos probable que se trate de un carburo TiFeCr. La proporción más significativa es la del titanio, lo cual respalda la suposición de que el precipitado es principalmente TiC en este caso.

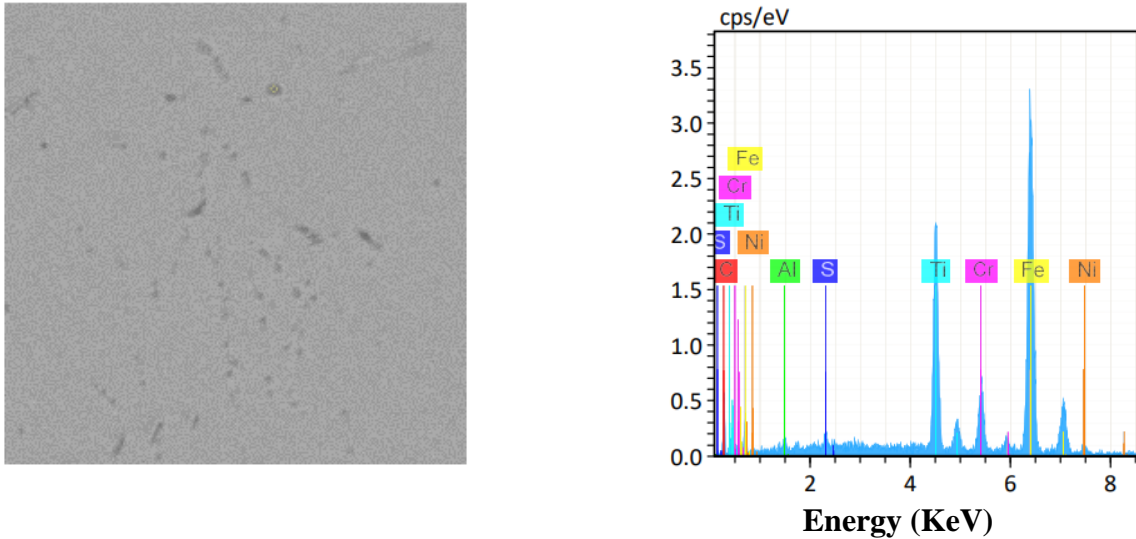


Figura 45: Micrografía en escala de grises y Espectro BSE de precipitado de mayor tamaño en muestra M24.

Tabla 15: Composición química obtenida mediante BSE de un precipitado de mayor tamaño en M24.

Elemento	Masa (%)	Átomos (%)
C	15.42	46.80
Al	1.00	1.34
S	0.52	0.59
Ti	17.97	13.68
Cr	6.16	4.32
Fe	49.81	32.52
Ni	1.20	0.74

La Figura 46 muestra el espectro BSE de un precipitado de menor tamaño, mientras que la Tabla 18 presenta su composición. Por otro lado, la Tabla 19 muestra la composición obtenida de un punto en la matriz. La proporción atómica entre el Ti y el Fe es de 64.88/22.43. Al simplificarla, obtenemos 2.89/1,

lo cual no se acerca tanto a la estequiometría 2/1 de la fase laves como en el caso de la aleación FeCrNbNiAl. Sin embargo, esto puede explicarse debido a que la fase laves está en proceso de formación, lo cual también concuerda con el porcentaje de Ti obtenido en la matriz, indicando que aún existe una sobresaturación de esta. Las cantidades de los demás elementos, como se puede observar al comparar con la tabla 19, se deben a su presencia en la matriz. Por lo tanto, aun considerando el error asociado a los resultados en la medición, es plausible concluir que el precipitado analizado es, de hecho, de fase Laves.

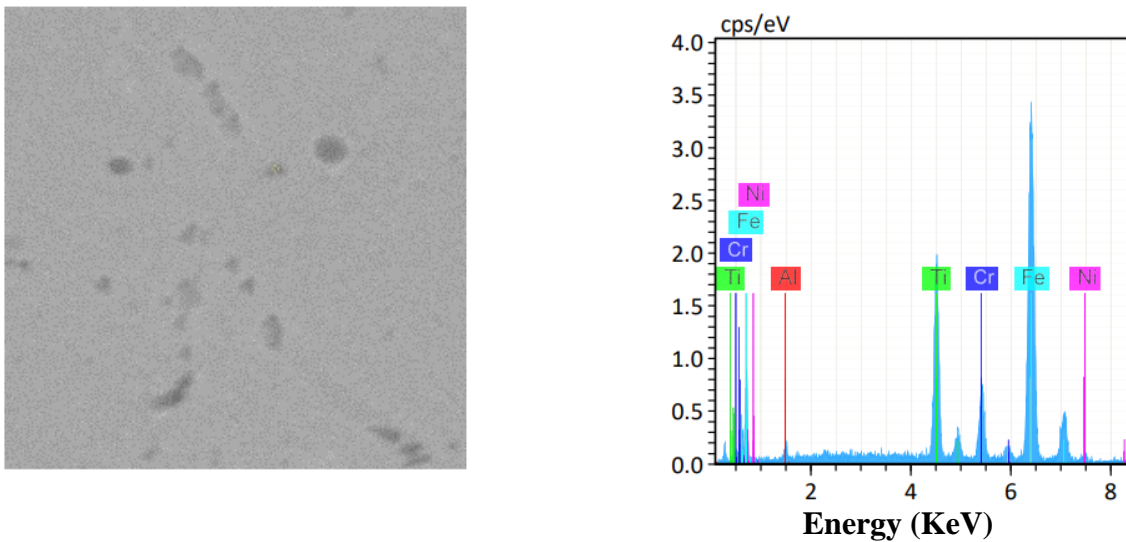


Figura 46: Micrografía en escala de grises y Espectro BSE de precipitado de menor tamaño en muestra M24.

Tabla 16: Composición química obtenida mediante BSE de un precipitado de menor tamaño en M24.

Elemento	Masa (%)	Átomos (%)
Al	1.33	2.83
Ti	18.76	22.43
Cr	7.77	8.56

Fe	63.30	64.88
Ni	1.34	1.30

Tabla 17: Composición química obtenida mediante BSE en un punto de la matriz en M24.

Elemento	Masa (%)	Átomos (%)
Al	2.02	4.58
Ti	1.61	2.05
Cr	8.02	9.41
Fe	74.72	81.70
Ni	2.17	2.26

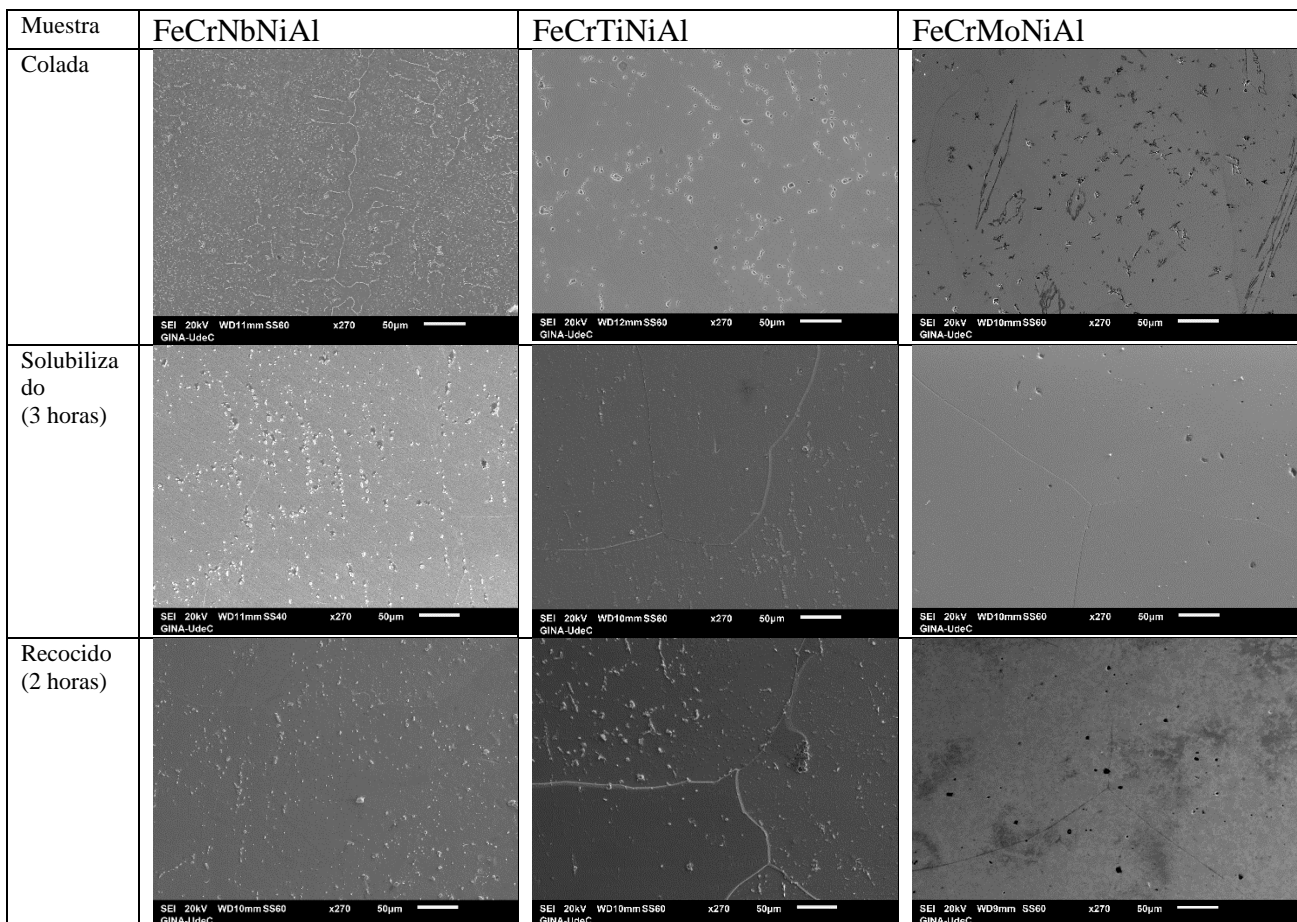
Análisis comparativo

Las observaciones de las muestras de FeCrNiAlNb y FeCrNiAlMo indican que las primeras presentan una mayor cantidad de precipitados, mientras que las segundas muestran una menor densidad de precipitados. Es interesante notar que la muestra de colada de FeCrNiAlNb muestra una gran cantidad de precipitados finos en comparación con las demás aleaciones, lo cual se explica por el efecto típico del Niobio como promotor de la formación de precipitados finos (28). Además, se observa una acumulación significativa de precipitados en el límite de granos en las muestras de FeCrNiAlNb, lo cual no se observa de manera similar en las otras aleaciones. Esto conlleva a inferir de que el Niobio tiene una alta tendencia a segregarse en el espacio interdendritico durante la solidificación.

Por otro lado, en la aleación FeCrNiAlTi se observa un aumento considerable en la densidad de precipitados entre las muestras tratadas y la de colada, lo cual es consistente con estudios previos.

Además, se destaca que las muestras tratadas térmicamente en las aleaciones con Nb y Ti presentan un mayor tamaño de grano en comparación con las de colada, lo cual es un efecto típico de los tratamientos térmicos. Sin embargo, en todas las aleaciones, no se observa un aumento en el tamaño de los precipitados durante el recocido. Además, se suele observar una zona libre de precipitados en la cercanía del límite de grano y alrededor de los precipitados de mayor tamaño, lo cual es común en aceros ferríticos inoxidables (10,68,76).

Para apreciar de mejor forma las similitudes y diferencias, en la figura 47 se presentan todas las microestructuras analizadas en esta investigación, con un aumento de 270x, tomadas mediante microscopía electrónica de barrido.



La tabla 20 muestra los resultados de microdureza Vickers para diferentes aleaciones en distintos estados, junto con la longitud promedio de la indentación en micrómetros. Se observa que la aleación FeCrNiAlTi exhibe una mayor dureza en comparación con las otras aleaciones, lo cual puede atribuirse a la presencia de precipitados más finos. Estos precipitados finos interrumpen la propagación de las dislocaciones, aumentando la resistencia a la deformación y promoviendo una estructura más uniforme en el material. Esta distribución homogénea de precipitados reduce la posibilidad de regiones con baja dureza, mejorando la resistencia general del material.

En contraste, se encontró dureza menor en la aleación con molibdeno después de un solubilizado de 4 horas. Mediante la microscopía, se observaron precipitados de gran tamaño con una distribución poco homogénea, lo cual puede explicar este resultado.

Cabe mencionar que el recocido aumenta la dureza de los aceros inoxidables ferríticos, ya que durante este proceso se producen cambios en la estructura cristalina y se eliminan tensiones internas. Esto resulta en una mayor uniformidad y dureza del material, como se puede apreciar en los resultados obtenidos.

Tabla 18: Resultados de microdureza Vickers y longitud promedio de indentación para las diferentes aleaciones según el tratamiento térmico.

Aleacion	Estado	Muestra	PROM HV0.5	PROM L (μm)
FeCrNiAlNb	solubilizada	M3	96	31.3
	650°C/2h	M11	115	28.4
	650°C/4h	M12	100	30.4
FeCrNiAlMo	solubilizada	M32	99	30.7
	650°C/2h	M38	101	30.6
	650°C/4h	M39	94	31.4
FeCrNiAlTi	solubilizada	M18	98	30.9
	650°C/2h	M24	128	25.6
	650°C/4h	M25	137	26.1

6. Conclusiones

El software ThermoCalc es una herramienta capaz de predecir de forma bastante certera el comportamiento y formación de fases en aceros inoxidable resistentes a alta temperatura, de esta manera, resulta muy útil para el diseño de aleaciones en cuanto a la composición química y tratamientos térmicos/termo-mecánicos.

Con respecto a los objetivos planteados, en general, los resultados de la modelación termodinámica se alinearon con los resultados experimentales obtenidos mediante el análisis microestructural, mostrando un comportamiento coherente en la formación de la fase Laves para las tres aleaciones.

Aleación Fe-Cr-Nb-Ni-Al

-La modelación termodinámica y los resultados experimentales mostraron una alta fuerza impulsora para la formación de la fase Laves en comparación con las otras aleaciones.

-El análisis de microscopía óptica reveló la presencia de una matriz ferrítica con granos dendríticos después de la colada y granos alargados tras el tratamiento de laminación en caliente. Se observó una alta concentración de precipitados tanto en la matriz como en los límites de grano.

-El tratamiento de laminación junto con la solubilización resultó en un incremento del tamaño medio de los precipitados y una disminución en su concentración numérica. Además, el solubilizado promovió la formación de una solución sólida sobresaturada, permitiendo la formación de la fase Laves durante el recocido.

-El análisis de microscopía electrónica de barrido EBS mostró la formación de la fase Laves.

-La formación de los precipitados de aluminio, carburos y fase Laves fue consistente con las predicciones realizadas por la modelación termodinámica.

Aleación Fe-Cr-Ti-Ni-Al

-El análisis de microscopía óptica confirmó la formación de la matriz ferrítica, presentando granos poliédricos después de la colada y granos alargados tras el tratamiento de laminación en caliente, además, la formación precipitados en la matriz y en límites de grano, en el caso de las muestras tratadas.

-El tratamiento de solubilización corrigió la segregación en el límite de grano y promovió la formación de una solución sólida supersaturada, lo que permitió la formación de fase Laves en el recocido.

-El análisis de microscopía electrónica de barrido EBS mostró la formación de fase Laves.

-La formación de precipitados de aluminio, carburos y fase Laves ocurrió dentro la predicción realizada por la modelación termodinámica.

Aleación Fe-Cr-Mo-Ni-Al

-El análisis de microscopía óptica confirmó la formación de la matriz ferrítica, presentando granos dendríticos después de la colada y granos alargados tras el tratamiento de laminación en caliente, donde todas las muestras muestran una distribución heterogénea similar de precipitados.

-El análisis de microscopía electrónica de barrido muestra la presencia de carburos de cromo y precipitados de aluminio en la muestra de colada, luego, el solubilizado produjo la total disolución de los precipitados de cromo, sin embargo, los precipitados de aluminio se mantuvieron.

-El recocido de dos horas fue suficiente para corregir la segregación de cromo hacia los límites de grano.

-No se encuentran presentes precipitados de fase laves debido a la baja fuerza impulsora para su formación, de esta manera, es claro que un recocido de 4 horas no es suficiente para su aparición debido a su baja cinética de formación, así, muy probablemente se presente en condiciones de termofluencia a tiempos prolongados.

-Para fomentar la formación de fase Laves podría reducirse el contenido de carbono, sin embargo, esto dificulta y encarece la producción de la aleación.

7. Referencias

1. Bazri S, Mapelli C, Barella S, Gruttadauria A, Mombelli D, Nemfardi R, et al. Microstructural, textural, and residual stress evolution alongside the magnetic properties through isothermal static recrystallization of cold-drawn Fe–Cr–Si–S–C ferritic high-alloy stainless steel and by JMAK modelling. *Journal of Materials Research and Technology*. 2023 Mar;23:3091–118.
2. Liu BP, Meng FJ, Zhang ZM, Li L, Chen J, Ming HL, et al. Effect of thermal aging on the microstructure and mechanical property of 410S ferritic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2022 Oct;856:143952.
3. Han Y, Sun J, Sun Y, Sun J, Ran X. Tensile Properties and Microstructural Evolution of an Al-Bearing Ferritic Stainless Steel at Elevated Temperatures. *Metals (Basel)* [Internet]. 2020;10(1). Available from: <https://www.mdpi.com/2075-4701/10/1/86>
4. Yoshizawa M, Igarashi M. Long-term creep deformation characteristics of advanced ferritic steels for USC power plants. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 2007 Jan;84(1–2):37–43.
5. Prat O, Garcia J, Rojas D, Carrasco C, Inden G. Investigations on the growth kinetics of Laves phase precipitates in 12% Cr creep-resistant steels: Experimental and DICTRA calculations. *Acta Mater*. 2010 Oct;58(18):6142–53.
6. Lu Q, Xu W, van der Zwaag S. The Computational Design of W and Co-Containing Creep-Resistant Steels with Barely Coarsening Laves Phase and M₂₃C₆ as the Strengthening Precipitates. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2014 Dec 12;45(13):6067–74.

7. Ruan T, Shen J, Li B, Zhao Z, Zhang D. High-temperature strengthening mechanism and thermal stability of Laves phase in ferritic matrix. *Materials Science and Engineering: A*. 2022 Nov;859:144183.
8. Hu P, Yan W, Sha W, Wang W, Shan Y, Yang K. Microstructure Evolution of a 10Cr Heat-Resistant Steel during High Temperature Creep. *J Mater Sci Technol*. 2011 Apr;27(4):344–51.
9. Prat O, Garcia J, Rojas D, Sauthoff G, Inden G. The role of Laves phase on microstructure evolution and creep strength of novel 9%Cr heat resistant steels. *Intermetallics (Barking)*. 2013 Jan;32:362–72.
10. Kuo CH, Shassere B, Poplawsky J, Yamamoto Y, Babu SS. Validation of an alloy design strategy for stable Fe–Cr–Al–Nb–X ferritic alloys using electron microscopy and atom probe tomography. *Mater Charact*. 2019 Dec;158:109987.
11. Liu C, Shi Q, Yan W, Shen C, Yang K, Shan Y, et al. Designing a high Si reduced activation ferritic/martensitic steel for nuclear power generation by using Calphad method. *J Mater Sci Technol*. 2019 Mar;35(3):266–74.
12. Sanhueza JP, Rojas D, Prat O, Garcia J, Espinoza R, Montalba C, et al. Precipitation kinetics in a 10.5%Cr heat resistant steel: Experimental results and simulation by TC-PRISMA/DICTRA. *Mater Chem Phys*. 2017 Oct;200:342–53.
13. Rojas D, Garcia J, Prat O, Carrasco C, Sauthoff G, Kaysser-Pyzalla AR. Design and characterization of microstructure evolution during creep of 12% Cr heat resistant steels. *Materials Science and Engineering: A*. 2010 Jun;527(16–17):3864–76.

14. Lu Q, Toda Y, Harada N, Xu W, van der Zwaag S. The impact of intended service temperature on the optimal composition of Laves and M₂₃C₆ precipitate strengthened ferritic creep resistant steels. *Comput Mater Sci.* 2015 Sep;107:110–5.
15. Stein F, Leineweber A. Laves phases: a review of their functional and structural applications and an improved fundamental understanding of stability and properties. *J Mater Sci.* 2021 Mar 22;56(9):5321–427.
16. Stein F, Palm M, Sauthoff G. Structure and stability of Laves phases. Part I. Critical assessment of factors controlling Laves phase stability. *Intermetallics (Barking).* 2004 Jul;12(7–9):713–20.
17. Thoma DJ. *Intermetallics: Laves Phases.* In: *Encyclopedia of Materials: Science and Technology.* Elsevier; 2001. p. 4205–13.
18. Kumar KS, Hazzledine PM. Polytypic transformations in Laves phases. *Intermetallics (Barking).* 2004 Jul;12(7–9):763–70.
19. Sello MP, Stumpf WE. Laves phase embrittlement of the ferritic stainless steel type AISI 441. *Materials Science and Engineering: A.* 2010 Jul;527(20):5194–202.
20. Jiang M, Han Y, Sun J, Sun J, Zu G, Chen H, et al. Precipitation of Cu- and Nb-rich phases and its strengthening effect in 17Cr ferritic stainless steel during high-temperature creep process. *Mater Charact.* 2021 Sep;179:111346.
21. Froitzheim J, Meier GH, Niewolak L, Ennis PJ, Hattendorf H, Singheiser L, et al. Development of high strength ferritic steel for interconnect application in SOFCs. *J Power Sources.* 2008 Mar;178(1):163–73.

22. Barnett MR, Wang H, Guo T. An Orowan precipitate strengthening equation for mechanical twinning in Mg. *Int J Plast.* 2019 Jan;112:108–22.
23. Liu H, Wei L, Ma M, Zheng J, Chen L, Misra RDK. Laves phase precipitation behavior and high-temperature strength of W-containing ferritic stainless steels. *Journal of Materials Research and Technology.* 2020 Mar;9(2):2127–35.
24. Farias RM, Teixeira PRF, Vilarinho LO. Variable profile heat source models for numerical simulations of arc welding processes. *International Journal of Thermal Sciences.* 2022 Sep;179:107593.
25. Wei L, Chen L, Liu H, Misra RDK. Significant Grain Refinement in the Simulated Heat-Affected Zone (HAZ) of Ferritic Stainless Steels by Alloying with Tungsten. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2020 Jun 19;51(6):2719–23.
26. Wei L, Chen L, Liu H, Han L, Gong N, Misra RDK. Precipitation Behavior of Laves Phase in the Vicinity of Oxide Film of Ferritic Stainless Steel: Selective Oxidation-Induced Precipitation. *Oxidation of Metals.* 2020 Feb 6;93(1–2):195–213.
27. Wang XL, Huang AR, Li MX, Zhang W, Shang CJ, Wang JL, et al. The significant roles of Nb and Mo on enhancement of high temperature urea corrosion resistance in ferritic stainless steel. *Mater Lett.* 2020 Jun;269:127660.
28. Cai F, Zhou M, Tian J, Xu G. Comparative study of the role of niobium in low-carbon ferritic and bainitic steels. *Materials Science and Engineering: A.* 2022 Aug;851:143579.

29. Yin F, Tian L, Xue B, Jiang X, Zhou L. Effect of titanium on second phase precipitation behavior in 9–12Cr ferritic/martensitic heat resistant steels. *Rare Metals*. 2011 Mar 16;30(S1):497–500.
30. Robson JD. Modelling of Carbide and Laves Phase Precipitation in 9-12 wt% Chromium Steels (Doctoral thesis). 1997;
31. Mischler S, Vogel A, Mathieu HJ, Landolt D. The chemical composition of the passive film on Fe–24Cr and Fe–24Cr–11Mo studied by AES, XPS and SIMS. *Corros Sci*. 1991 Jan;32(9):925–44.
32. Toda Y, Nakamura Y, Harada N, Kaseya A, Kobata N, Yamabe-Mitarai Y, et al. Effect of the Laves phase and carbide on the creep strength of Fe–C–15Cr–W alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 2020 Oct;797:140104.
33. Jacquet L, Meyer N, Libert M, De Geuser F, Braccini M, Estevez R, et al. Study of cleavage fracture in ferritic stainless steels part I: Development and characterization of model microstructures. *Materials Science and Engineering: A*. 2023 Feb;864:144534.
34. Banerjee MK. 2.8 Heat Treatment of Commercial Steels for Engineering Applications. In: *Comprehensive Materials Finishing*. Elsevier; 2017. p. 180–213.
35. Kondo S, Chai YW, Kanai K, Dosung L, Watanabe M, Ishikawa S, et al. Intermetallic phase precipitation and oxidation behavior of Fe–20Cr–0.5Nb–2Mo (at%) high-Cr ferritic alloy at high temperatures. *Acta Mater*. 2023 Mar;246:118677.

36. Kim JK, Kim YH, Uhm SH, Lee JS, Kim KY. Intergranular corrosion of Ti-stabilized 11wt% Cr ferritic stainless steel for automotive exhaust systems. *Corros Sci.* 2009 Nov;51(11):2716–23.
37. Jiang L, Wang J, Zhang T, Dorin T, Sun X. Superior low temperature toughness in a newly designed low Mn and low Ni high strength steel. *Materials Science and Engineering: A.* 2021 Sep;825:141899.
38. Miyata K, Igarashi M, Sawaragi Y. Effect of Trace Elements on Creep Properties of 0.06C-2.25Cr-1.6W-0.1Mo-0.25V-0.05Nb Steel. *ISIJ International.* 1999;39(9):947–54.
39. Zhang Y, Zou D, Wang X, Li Y, Li M, Wang F, et al. Effect of Al content on the $\delta \rightarrow \gamma$ transformation and M₂₃C₆ precipitation behavior in 18Cr-xAl-Si ferritic heat-resistant stainless steel during solidification process. *Journal of Materials Research and Technology.* 2022 May;18:3104–14.
40. Khaple S, Golla BR, Prasad VVS. A review on the current status of Fe–Al based ferritic lightweight steel. *Defence Technology.* 2022 Dec;
41. Ishitsuka T, Inoue Y, Ogawa H. Effect of Silicon on the Steam Oxidation Resistance of a 9%Cr Heat Resistant Steel. *Oxidation of Metals.* 2004 Feb;61(1/2):125–42.
42. Liu W, Liu Z, Liu H, Wang Q, Zhang R. Effects of Zr on high temperature deformation and dynamic precipitation of laves phase in Fe–13Cr–5Al–2Mo–0.5Nb–0.4Ta alloy. *Results Phys.* 2021 Mar;22:103945.

43. Lu HH, Guo HK, Luo Y, Liu ZG, Li WQ, Li JC, et al. Microstructural evolution, precipitation and mechanical properties of hot rolled 27Cr-4Mo-2Ni ferritic steel during 800 °C aging. *Mater Des.* 2018 Dec;160:999–1009.
44. Li R, Fu B guo, Dong T shun, Li G lu, Li J kun, Zhao X bo, et al. Effect of annealing treatment on microstructure, mechanical property and anti-corrosion behavior of X2CrNi12 ferritic stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology.* 2022 May;18:448–60.
45. Qu HP, Lang YP, Yao CF, Chen HT, Yang CQ. The effect of heat treatment on recrystallized microstructure, precipitation and ductility of hot-rolled Fe–Cr–Al–REM ferritic stainless steel sheets. *Materials Science and Engineering: A.* 2013 Feb;562:9–16.
46. Li S, Li J, Sun G, Deng D. Modeling of welding residual stress in a dissimilar metal butt-welded joint between P92 ferritic steel and SUS304 austenitic stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology.* 2023 Mar;23:4938–54.
47. Wei L, Zheng J, Chen L, Misra RDK. High temperature oxidation behavior of ferritic stainless steel containing W and Ce. *Corros Sci.* 2018 Sep;142:79–92.
48. & Materials Society TMM, editor. TMS 2018 147th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings. Cham: Springer International Publishing; 2018.
49. D.A. Porter and K.E. Easterling. *Phase Transformation in Metals and Alloys.* 2nd ed. Springer Science Business Media; 1992. 263–280 p.
50. Zhu Y, Ning L, Liu E, Zhou Y, Tan Z, Tong J, et al. A novel precipitation mechanism of Laves phase in Fe-30Cr-2Mo super ferritic stainless steel: In-situ phase transformation. *Mater Lett.* 2023 May;338:134022.

51. Paliwal M, Jung IH. Precipitation kinetic model and its applications to Mg alloys. *Calphad*. 2019 Mar;64:196–204.
52. Perez M, Dumont M, Acevedo-Reyes D. Implementation of classical nucleation and growth theories for precipitation. *Acta Mater*. 2008 May;56(9):2119–32.
53. Hald J, Korcakova L. Precipitate Stability in Creep Resistant Ferritic Steels-Experimental Investigations and Modelling. *ISIJ International*. 2003;43(3):420–7.
54. Kipelova A, Belyakov A, Kaibyshev R. Laves phase evolution in a modified P911 heat resistant steel during creep at 923 K. *Materials Science and Engineering: A*. 2012 Jan;532:71–7.
55. Shi C, Zhu X, Zheng X, Lan P, Li J. Precipitation and growth of Laves phase and NbC during aging and its effect on tensile properties of a novel 15Cr–22Ni–1Nb austenitic heat-resistant steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2022 Sep;854:143822.
56. Wang X, Wang X, Li H, Wu H liang, Ren Y yao, Liu H wei, et al. Laves phase precipitation behavior in the simulated fine-grained heat-affected zone of creep strength enhanced ferritic steel P92 and its role in creep void nucleation and growth. *Welding in the World*. 2017 Mar 23;61(2):231–9.
57. Lukas H, Fries S, Sundman B. Computational thermodynamics. The CALPHAD method. *Computational Thermodynamics: The Calphad Method*. 2007 May;131.
58. Cacciamani G. AN INTRODUCTION TO THE CALPHAD METHOD AND THE COMPOUND ENERGY FORMALISM (CEF). *Tecnol Metal Mater Min*. 2016;13(1):16–24.

59. Jacob A, Schmetterer C, Singheiser L, Gray-Weale A, Hallstedt B, Watson A. Modeling of Fe–W phase diagram using first principles and phonons calculations. *Calphad*. 2015 Sep;50:92–104.
60. Ohtani H. The CALPHAD Method. In: *Springer Handbook of Materials Measurement Methods*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; 2006. p. 1001–30.
61. Mathon M, Connétable D, Sundman B, Lacaze J. Calphad-type assessment of the Fe–Nb–Ni ternary system. *Calphad*. 2009 Mar;33(1):136–61.
62. Pavlů J, Vřešt’ál J, Šob M. Re-modeling of Laves phases in the Cr–Nb and Cr–Ta systems using first-principles results. *Calphad*. 2009 Mar;33(1):179–86.
63. Gururaj K, Pal S. Influence of dislocation density and grain size on precipitation kinetics on P92 grade steel. *Mater Today Proc*. 2019;18:1364–74.
64. den Ouden D, Zhao L, Vuik C, Sietsma J, Vermolen FJ. Modelling precipitate nucleation and growth with multiple precipitate species under isothermal conditions: Formulation and analysis. *Comput Mater Sci*. 2013 Nov;79:933–43.
65. Yang Y, Busby JT. Thermodynamic modeling and kinetics simulation of precipitate phases in AISI 316 stainless steels. *Journal of Nuclear Materials*. 2014 May;448(1–3):282–93.
66. Isik MI, Kostka A, Eggeler G. On the nucleation of Laves phase particles during high-temperature exposure and creep of tempered martensite ferritic steels. *Acta Mater*. 2014 Dec;81:230–40.

67. Yin H, Ge W, Yin F, Zhao J, Yang G, Bao H, et al. Effect of stress on the nucleation and evolution of Mo-rich Laves phase in 9.5Cr-1.5MoCoVNbNB heat-resistant steel during tensile rupture at 620 °C. *Mater Charact.* 2023 Feb;196:112565.
68. TODA Y, TOHYAMA H, KUSHIMA H, KIMURA K, ABE F. Improvement in Creep Strength of Precipitation Strengthened 15Cr Ferritic Steel by Controlling Carbon and Nitrogen Contents. *JSME International Journal Series A.* 2005;48(1):35–40.
69. Chai YW, Kato K, Yabu C, Ishikawa S, Kimura Y. Disconnections and Laves (C14) precipitation in high-Cr ferritic stainless steels. *Acta Mater.* 2020 Oct;198:230–41.
70. Takahashi J, Kawakami K, Hamada J ich, Kimura K. Direct observation of niobium segregation to dislocations in steel. *Acta Mater.* 2016 Apr;107:415–22.
71. Fujita N, Kikuchi M, Bhadeshia HKDH. Modeling M6C precipitation in niobium-alloyed ferritic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2002 Nov;33(11):3339–47.
72. Labonne M, Graux A, Cazottes S, Danoix F, Cuvilly F, Chassagne F, et al. Precipitation Kinetics in a Nb-stabilized Ferritic Stainless Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2017 Aug 31;48(8):3655–64.
73. Fu J, Cui K, Li F, Wang J, Wu Y. Texture and anisotropic mechanical properties of ferritic stainless steel stabilized with Ti and Nb. *Mater Charact.* 2020 Jan;159:110027.
74. Baik SI, Rawlings MJS, Dunand DC. Atom probe tomography study of Fe-Ni-Al-Cr-Ti ferritic steels with hierarchically-structured precipitates. *Acta Mater.* 2018 Feb;144:707–15.

75. Isik MI, Kostka A, Yardley VA, Pradeep KG, Duarte MJ, Choi PP, et al. The nucleation of Mo-rich Laves phase particles adjacent to M₂₃C₆ micrograin boundary carbides in 12% Cr tempered martensite ferritic steels. *Acta Mater.* 2015 May;90:94–104.
76. Yamamoto K, Kimura Y, Wei FG, Mishima Y. Design of Laves phase strengthened ferritic heat resisting steels in the Fe–Cr–Nb(–Ni) system. *Materials Science and Engineering: A.* 2002 Jun;329–331:249–54.
77. Ali Aghajani Bazazi. *Evolution of Microstructure during Long-term Creep of a Tempered Martensite Ferritic Steel.* 1st ed. Cuvillier Verlag; 2009.
78. Haribabu S, Sudha C, Srihari V, Raju S. Austenitic transformation and influence of prior ferrite formation on martensite transformation characteristics of Al-added P91 ferritic-martensitic steel. *Journal of Nuclear Materials.* 2021 Mar;545:152637.
79. Lu HH, Guo HK, Liang W, Li JC, Zhang GW, Li TT. High-temperature Laves precipitation and its effects on recrystallisation behaviour and Lüders deformation in super ferritic stainless steels. *Mater Des.* 2020 Mar;188:108477.
80. Fan X. *Optimization of laves phase strengthened high performance ferritic stainless steel.* 2020.

ESTUDIO DE LA FORMACION DE LA FASE LAVES EN SISTEMAS FE-CR-X-NI-AL (X=NB, TI O MO): MODELACION COMPUTACIONAL Y CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL.

Nombre Memorista: Fernando Thiele

Modalidad		Profesor(es) Patrocinante(s) Dr. Juan Pablo Sanhueza Araya Dr. David Rojas Jara
Concepto		
Calificación		
Fecha	27/07/23	

	Ingeniero Supervisor Diego Wackerling
	Institución Universidad de Concepción

Comisión (Nombre y Firma)

Dr. Nicolás Araya Rivera

RESUMEN

La presente memoria de título investigó las características principales de la fase Laves y su relevancia como precipitado en aceros resistentes a la termofluencia. Se analizó el impacto de los elementos aleantes y la temperatura en la formación de esta fase, además, se diseñaron tres aleaciones ferríticas inoxidables (Fe-Cr-X-Ni-Al, donde X representa Nb, Ti y Mo) con el objetivo de obtener precipitados de fase Laves para su posterior estudio. Para este propósito, se utilizó el software ThermoCalc para crear diagramas de fases de estos sistemas. Estos diagramas fueron fundamentales para determinar los tratamientos térmicos necesarios y también contribuyeron al análisis de los resultados obtenidos.

Las aleaciones se produjeron en un horno de inducción con atmósfera controlada, seguido de un proceso de laminado en caliente y solubilizado para homogeneizar la microestructura. A continuación, se llevaron a cabo tratamientos térmicos de recocido durante 2 y 4 horas para favorecer la precipitación de la fase Laves. Las muestras resultantes se caracterizaron mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.