

**AEMAC**

---

---

**ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE MATERIALES COMPUESTOS**



## **MATERIALES COMPUESTOS 15**

**ACTAS DEL XI CONGRESO NACIONAL  
DE MATERIALES COMPUESTOS**

**Móstoles (Madrid), 6, 7 y 8 de julio de 2015**

Editores:

Alejandro Ureña Fernández (URJC)

Jacinto Tortosa Lozano (FIDAMC)

Josep Costa Balanzat (AEMAC)

**AEMAC, JUNTA DIRECTIVA****Presidente:**

*Josep Costa Balanzat*  
*Universidad de Girona*

**Secretario General:**

*Carlos Daniel González Martínez*  
*Imdea Materiales*

**Vocales:**

*Enrique Barbero Pozuelo*  
*Universidad Carlos III de Madrid*

*Alfonso Corz Rodríguez*  
*Universidad de Cádiz*

*Alfredo Güemes Gordo*  
*Universidad Politécnica de Madrid*

*Maria Lluïsa MasPOCH*  
*Universidad Politécnica de Cataluña*

*Federico París Carballo*  
*Universidad de Sevilla*

*José María Pastor Barajas*  
*Universidad de Valladolid*

*José Luis Pérez Aparicio*  
*Universidad Politécnica de Valencia*

*Jacinto Tortosa Lozano*  
*FIDAMC*

*Alejandro Ureña Fernández*  
*Universidad Rey Juan Carlos*

*Jaime A. Viña Olay*  
*Universidad de Oviedo*

**COMITÉ ORGANIZADOR  
DEL CONGRESO****Presidente:**

*Alejandro Ureña (URJC)*  
*Jacinto Tortosa (FIDAMC)*  
*Josep Costa (AEMAC)*

**Secretaría:**

*María Sánchez (URJC)*  
*Cristina Alia (FIDAMC)*

**Vocales:**

*Joaquín Rams (URJC)*  
*Silvia González-Prolongo (URJC)*  
*Mónica Campo (URJC)*  
*Alberto Jiménez-Suárez (URJC)*  
*Sofía Delgado (FIDAMC)*  
*Silvia Lazcano (Airbus Group)*

Depósito Legal: M-20088-2015

ISBN: 978-84-697-0406-6

Producción: PIXEL CPG



Universidad  
Rey Juan Carlos  
Servicio de Publicaciones



Fabricación y caracterización de una aleación de aluminio Al-Si7Mg0.3 reforzada con 0.5% en peso de nanodiamantes obtenidos por el proceso de síntesis por detonación <b>P. Egizabal, M. Merchán, M. García de Cortazar, I. Vicario, I. Crespo, V. A. Popov</b>	<b>559</b>
Estudio de fatiga térmica de cermets base hierro <b>M. Alonso, A. Jiménez-Suárez, P. Alvaredo, E. Gordo</b>	<b>565</b>
Estudio de la intercara en materiales compuestos tipo cermet para el diseño de matrices metálicas alternativas <b>P. Alvaredo, E. Macía, E. Gordo</b>	<b>571</b>
Scaffolds de Ti reforzados por dispersión de Ti <sub>3</sub> SiC <sub>2</sub> mediante la espumación directa de un policarbosilano en una suspensión de TiH <sub>2</sub> <b>E. Molero, A. J. Sánchez-Herencia, B. Ferrari, E. Gordo, P. Colombo</b>	<b>577</b>
Estudio de la soldabilidad de un material compuesto de matriz de aluminio (Al-MMC) reforzado con partículas de B <sub>4</sub> C mediante el proceso de FSW (Friction Stir Welding) <b>R. Acuña, M.J. Cristóbal, G. Pena, D. Verdera</b>	<b>583</b>
Recubrimientos de Al-SiCp sobre ZE41 mediante láser cladding <b>M.D. Escalera, A. Riquelme, P. Rodrigo, J. Rams</b>	<b>589</b>
Microestructura y resistencia superficial de recubrimientos Al-SiCp sobre AA6082. <b>A. Riquelme, P. Rodrigo, M.D. Escalera, J. Rams</b>	<b>595</b>
Fabricación de recubrimientos de Al, AlSi, Al-SiCp y AlSi-SiCp sobre la aleación de magnesio AZ91 por HVOF. Optimización de las variables de proyección y su influencia en el comportamiento a corrosión <b>B. Torres, A. J. López, S. García-Rodríguez C. Taltavull, E. Otero, J. Rams</b>	<b>601</b>
Fabricación por aleación mecánica de un material compuesto de matriz AA6005A reforzada con TiC nanométrico. Determinación preliminar de los parámetros de molienda <b>C.M. Abreu, M. Cabeza, I. Feijoó, P. Merino, G. Pena, M.C. Pérez, S. Cruz, P. Rey</b>	<b>607</b>
Comportamiento tribológico de materiales compuestos AZ91/SiCp con recubrimientos cerámicos <b>B. Mingo, R. Arrabal, A. Pardo, E. Matykina, M.C. Merino, M. Mohedano, A. Rivas</b>	<b>613</b>
Diseño de materiales compuestos para control térmico: aluminio reforzado con mezclas bimodales de partículas que contienen diamante <b>J.M. Molina-Jordá</b>	<b>619</b>
Desgaste de aleaciones de aluminio y materiales compuestos de matriz de aluminio <b>L.M. Laorden, J. Rams, P. Rodrigo</b>	<b>625</b>
Comportamiento a corrosión de recubrimientos láser cladding de Al-SiCp sobre ZE41 <b>P. Rodrigo, A. Riquelme, M.D. Escalera, J. Rams</b>	<b>631</b>
Desarrollo de uniones estructurales por soldadura fuerte entre composites de W-SiC y EUROFER para el futuro reactor nuclear de fusión DEMO <b>J. de Prado, M. Sánchez, A. Ureña</b>	<b>637</b>



## Estudio de fatiga térmica de cermets base hierro

M. Alonso<sup>1,2</sup>, A. Jiménez-Suárez<sup>2</sup>, P. Alvaredo<sup>1</sup>, E. Gordo<sup>1</sup>

1. Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería Química, Grupo de investigación GTP, Universidad Carlos III de Madrid, España,
2. Departamento de Matemática Aplicada, Ciencia e Ingeniería de los Materiales y Tecnología Electrónica, Universidad Rey Juan Carlos, España.

[elena.gordo@uc3m.es](mailto:elena.gordo@uc3m.es)

### RESUMEN

En el presente trabajo se analiza el comportamiento a fatiga térmica de materiales compuestos de matriz férrea y refuerzo de TiCN desde dos puntos de vista: la influencia de la temperatura máxima alcanzada durante la fatiga térmica y la influencia del número de ciclos de calentamiento y enfriamiento. Además, se compara el comportamiento de estos materiales con el de un acero de herramientas de uso convencional. Este estudio del comportamiento frente a cambios cíclicos de temperatura para ambos materiales se realiza en base a su resistencia a la oxidación y se compara con la oxidación estática que se produce a temperatura elevada constante. Para ello las probetas se han sometido a diferentes ciclos de fatiga térmica, alcanzando temperaturas máximas de 1000 °C durante un máximo de 100 ciclos; posteriormente se ha caracterizado tanto su superficie como su sección transversal utilizando diferentes técnicas: medida de cambio de masa, DRX, SEM, EDX y microdureza.

**PALABRAS CLAVE:** Materiales compuestos de matriz metálica, cermet, TiCN, fatiga térmica, oxidación, pulvimetalurgia.

### 1. INTRODUCCIÓN

Las técnicas de conformado en el sector del transporte están en constante desarrollo, pero el mecanizado sigue siendo la técnica predominante en esta industria. Esto hace necesario el desarrollo de nuevos materiales a partir de los cuáles fabricar las herramientas con las que llevar a cabo este mecanizado [1]. El material más utilizado para la fabricación de herramientas de corte es el carburo cementado. Generalmente se utilizan carburos cementados WC-Co, pero en los últimos años se ha impulsado la búsqueda de nuevas alternativas debido a dos causas: el elevado y fluctuante precio del cobalto [2] y su toxicidad [3]. Por ello las investigaciones se han centrado en el desarrollo de nuevos cermets con materiales más baratos y, sobre todo, que presenten una menor toxicidad. La alternativa más competitiva son los cermets con refuerzo de TiCN y dentro de estos los más extendidos son los de matriz de Ni o Co, pero estos metales siguen presentando problemas de toxicidad. Esto hace que la alternativa más desarrollada en los últimos tiempos sea la de materiales Fe-TiCN, que además de tener un menor coste, son menos densos, se pueden tratar térmicamente, tienen unas propiedades mecánicas muy competitivas y no presentan problemas de toxicidad. [4] La fatiga térmica es un factor limitante de la vida de los aceros de herramientas para



trabajo en caliente. Durante la vida en servicio de la herramienta se producen continuos calentamientos y enfriamientos que generan a su vez ciclos de tensiones al inducir tensiones de compresión durante el calentamiento y tensiones de tracción durante el enfriamiento. Estas tensiones inducidas pueden ser lo suficientemente elevadas como para producir deformaciones elásticas como plásticas sobre la superficie [5]. En el caso de materiales con dos fases en los que éstas tienen diferente coeficiente de dilatación térmica, como es el caso de los cermet, las variaciones de temperatura producen un desajuste en la deformación de ambas zonas que puede ser muy complejo y llegar a alterar el relieve de la superficie del material [6]. Estas tensiones inducidas por los cambios de temperatura son las causantes de que el material resista menos al someterlo a cambios de temperatura cíclicos que al someterlo a temperatura elevada constante.

## 2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 2.1. Materiales

Para la realización de este trabajo se ha partido de polvos comerciales de M2 y de TiCN, para fabricar probetas tanto del acero rápido M2, como de un cermet con matriz del mismo acero rápido y un 50% en volumen de TiCN. Estos polvos de partida se han mezclado con una mezcladora Túrbula durante cuatro horas. Posteriormente se ha procedido a su compactación mediante una prensa mecánica uniaxial, con una matriz cilíndrica de 16 mm de diámetro, sobre la que se ha aplicado una presión de 750 MPa. Las piezas en verde se han sinterizado en un horno tubular horizontal de alto vacío ( $p < 10^{-4}$  mbar). Las probetas de M2 se han introducido en dicho horno a 1220°C durante 30 minutos, mientras que para las de cermet estas condiciones son de 1400°C y 1 hora. Una vez terminada la sinterización se ha pulido la cara superior de las probetas para facilitar su observación una vez sometidas al ensayo.

### 2.2. Ensayos de fatiga térmica

Para la realización de los ensayos de fatiga térmica se ha utilizado un horno que cuenta con un brazo neumático para introducir las piezas en su interior según los ciclos programados por un autómata. Cuando el brazo sale del horno se activa un sistema de refrigeración forzada por aire. Durante todo el ensayo la temperatura de las muestras se controla mediante dos termopares conectados a un sistema de adquisición de datos. Las condiciones de cada uno de los ensayos aparecen recogidas en la tabla 1.

Tabla 1. Resumen de las condiciones de los diferentes ensayos de fatiga térmica

TEMPERATURA MÁXIMA (°C)	500	800	1000		
TIEMPO DE CALENTAMIENTO (min)	13	10	10		
TIEMPO DE MANTENIMIENTO (min)	10	10	10		
TIEMPO DE ENFRIAMIENTO (min)	14	10	14		
NÚMERO DE CICLOS	100	10	50	100	100

### 2.3. Cinética de oxidación

Se ha realizado el estudio de la cinética de oxidación tanto del acero rápido como del cermet, analizando para ello la ganancia de peso en función del número de ciclos para una misma temperatura, y la ganancia de peso en función de la temperatura para un mismo número de ciclos.



## 2.4. Caracterización

En primer lugar se ha caracterizado tanto la microestructura como la composición de la superficie. La caracterización microestructural se ha realizado mediante microscopía electrónica de barrido (SEM). Para la caracterización composicional se han utilizado dos técnicas complementarias: difracción de rayos X (DRX) y microanálisis por EDX. La caracterización del corte transversal ha consistido primero en un análisis mediante SEM y EDX y después en un análisis de la microdureza.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1. Influencia del número de ciclos

En la Figura 1 (izda.) se muestra la ganancia de masa tanto del acero rápido como del cermet en función del número de ciclos. Se observa que la ganancia de masa del acero rápido es superior a la ganancia de masa del cermet lo cual indica una menor resistencia a la oxidación en las condiciones estudiadas. Al analizar la evolución de la ganancia de masa en función del número de ciclos, se puede concluir que en el caso del cermet la ganancia de masa es lineal mientras que en el caso del acero rápido se ajusta a una función polinómica. Estos resultados se pueden comparar con los obtenidos por Gómez et al [7] para ensayos de oxidación estática a la misma temperatura. Si bien en este trabajo los tiempos de oxidación son más largos, se aprecia también una mayor oxidación del acero rápido.

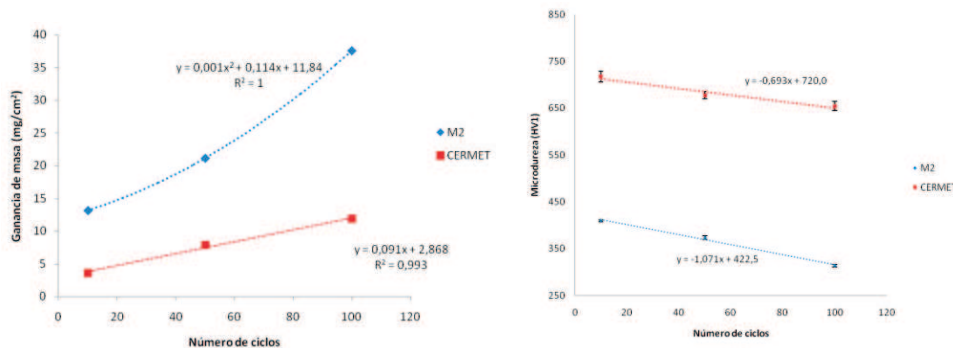


Fig. 1. Influencia del nº de ciclos a 800°C en la oxidación (izq.) y en la dureza HV1 (dcha.).

En la Figura 1 (dcha.) se observa la evolución de la dureza con el número de ciclos medida en el corte transversal de las muestras. Tanto en el acero rápido como en el cermet la dureza disminuye con el número de ciclos, si bien la pendiente es menos acusada en el caso del cermet.

Mediante SEM y DRX se ha analizado la morfología y composición de las superficies oxidadas. En cuanto a la morfología, se aprecian importantes diferencias entre el acero y el cermet (Figura 2). Sobre la superficie del acero rápido aparecen rugosidades que son debidas a los productos de oxidación que han empezado a formarse durante el ciclo de fatiga térmica. En las zonas más altas aparecen fases brillantes que se corresponden a los carburos de W y V del acero, que se han quedado atrapados entre los óxidos formados. En el cermet la superficie está cubierta por una capa de productos de



corrosión, que es más uniforme que la formada sobre el acero. Esta capa es más compacta a medida que aumenta el número de ciclos, llegando a cubrir totalmente la superficie inicial del material después de 100 ciclos.

El análisis por DRX muestra solo pequeñas variaciones al aumentar el número de ciclos de fatiga térmica. En el acero rápido se encuentran óxidos de hierro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) y en el cermet se encuentran además óxidos de hierro y titanio ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ).

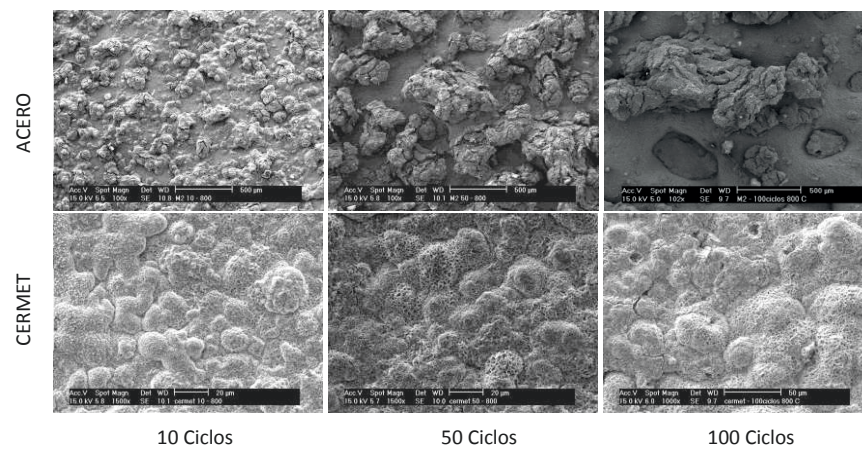


Fig. 2. Superficies de las muestras ensayadas a 800°C durante diferentes ciclos.

El análisis del corte transversal de las muestras ensayadas permite analizar la naturaleza y espesor de las capas de óxidos, y las posibles modificaciones microestructurales que sufre el material por debajo de las capas de oxidación. En el caso del **acero rápido** se pueden distinguir tres zonas bien diferenciadas: el acero base, la capa de óxido sobre la superficie, la cual tiene un espesor pequeño, y una zona intermedia de transición que no es homogénea en toda la superficie (Figura 3, izq.). En la capa intermedia aparecen fases brillantes cuya composición corresponde con los aleantes del acero rápido (W, Mo), que permanecen en forma de carburos en la matriz oxidada. La capa más externa está formada totalmente por productos de oxidación, principalmente óxidos de Fe como ya se ha indicado; los carburos de los elementos de aleación no están presentes en esta capa, probablemente debido a su transformación en óxidos volátiles. Esta imagen de la figura 3 corresponde con el acero rápido ensayado durante 100 ciclos a 800 °C; las muestras ensayadas durante menor número de ciclos muestran superficies similares con espesores menores. En la Figura 3 (dcha.) se muestra una imagen del cermet ensayado durante 100 ciclos a 800 °C. En esta imagen, la capa de productos de corrosión se aprecia directamente sobre la superficie del material base, sin encontrarse una región intermedia similar a la del acero rápido. Su espesor es menor y más homogéneo que sobre la capa que se observa sobre la muestra de acero rápido ensayada en las mismas condiciones. Fuera de la superficie, la microestructura del cermet presenta, alrededor de algunas partículas de TiCN, una zona ligeramente más oscura que indica una ligera separación o despegue (debonding) de la matriz metálica, debido a las tensiones internas que se generan por los diferentes coeficientes de expansión térmica del TiCN y de la fase metálica. Estas tensiones debilitan las intercaras y pueden llegar a producir el desprendimiento de los carbonitruros, lo que se confirma en algunos casos por los





huecos que se observan en el interior de la muestra y que podrían ser debidos al arranque de partículas durante el proceso de pulido de la muestra.

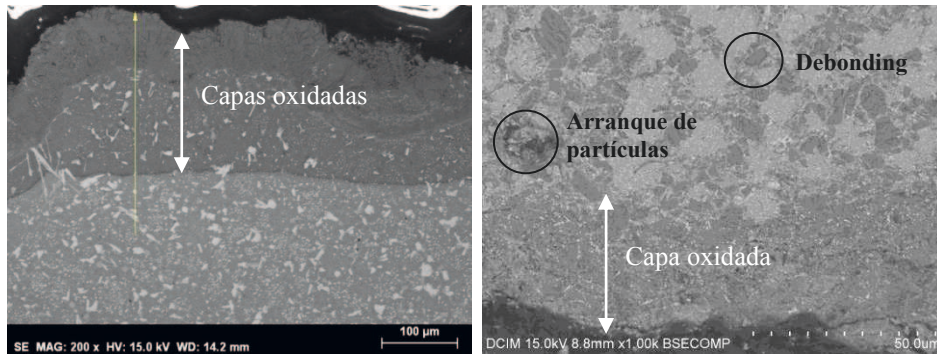


Fig. 3. Secciones de ensayos de 100 ciclos a 800°C: (Izq.) Acero rápido; (dcha.) cermet.

### 3.2. Influencia de la temperatura

Si se analizan por SEM y microanálisis por EDX las superficies del acero rápido y del cermet ensayados a las dos temperaturas después de 100 ciclos, la principal diferencia que se encuentra en relación a la temperatura es que, mientras que a 500 °C se detectan los aleantes en el caso del acero y los carbonitruros en el caso del cermet, a 800°C ya no aparecen los aleantes del acero rápido debido probablemente a la formación de óxidos volátiles, ni los carbonitruros en el caso del cermet, debido a la formación de una capa de óxido compacta y cubriente. En el análisis mediante DRX (Figura 4), los picos de los difractogramas se corresponden con los de óxidos de hierro de diferentes estequiometrias en función de la temperatura máxima alcanzada. En el cermet la presencia del carbonitruro a 500°C es debida a que la temperatura no es suficiente para descomponerse por completo, si bien ya se encuentran óxidos de Fe y Ti.

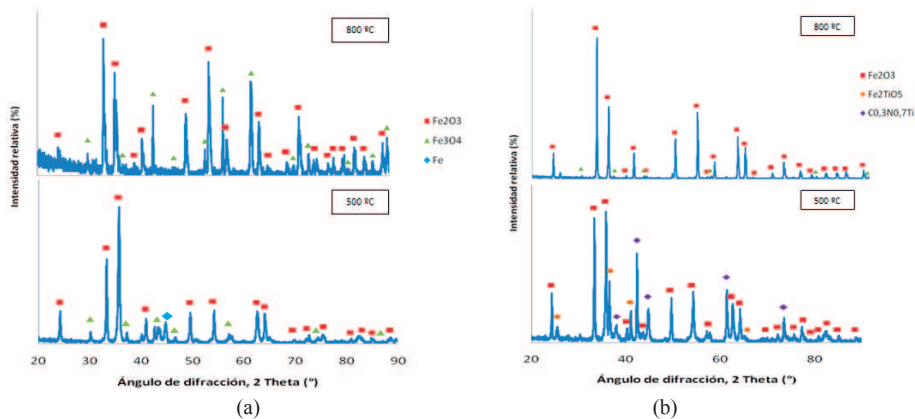


Fig. 4. Difractogramas de rayos X de las muestras ensayadas durante 100 ciclos a 500 °C y 800 °C. (a) acero rápido; (b) cermet.

### 3.3. Variaciones en el espesor de la capa de óxido

Al aumentar el número de ciclos de fatiga, el espesor de la capa de óxido también aumenta al igual que la ganancia de masa, siendo mayor siempre en la muestra de acero





rápido. Cabe destacar la considerable diferencia en los valores para las muestras ensayadas durante 100 ciclos. A medida que aumenta la temperatura máxima alcanzada durante el ensayo de fatiga térmica el espesor de la capa de óxido también aumenta. La capa de óxido comienza a formarse antes en el cermet que en el acero rápido ya que a 500°C el espesor es mayor en el cermet, sin embargo a 800°C la capa de óxido formada sobre el acero rápido triplica en espesor a la formada sobre el cermet.

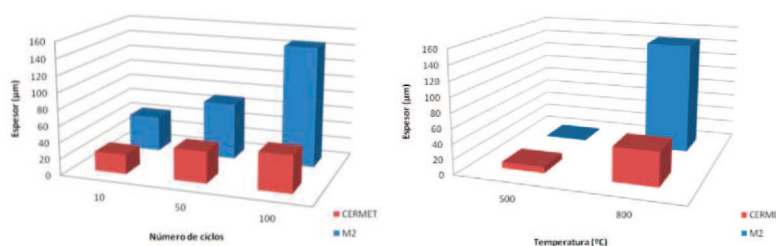


Fig. 5. Variaciones del espesor de la capa de óxido: (izq.) en función del número de ciclos para ensayos a 800 °C; (dcha.) en función de la temperatura, para 100 ciclos.

#### 4. CONCLUSIONES

- Para un mismo número de ciclos de fatiga térmica, el deterioro es mayor a medida que aumenta la temperatura máxima alcanzada.
- Para una misma temperatura, el deterioro es mayor a medida que aumenta el número de ciclos de fatiga térmica.
- El cermet presenta mayor resistencia a la fatiga térmica que el acero rápido, tanto desde el punto de vista de la oxidación como de la caída de dureza experimentada.

#### 5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida para la realización de este trabajo al MINECO (proyecto MAT2012-38650-C02-01) y a la Comunidad de Madrid por el programa MULTIMAT-CHALLENGE, ref. S2013/MIT-2862.

#### REFERENCIAS

1. EDWARDS, R. (1993). *Cutting tools*. The Institute of Materials: London.
2. London Metal Exchange. (2014). [www.lme.com/metals/minor-metals/cobalt/#tab2](http://www.lme.com/metals/minor-metals/cobalt/#tab2). [Consulta 16/10/2014].
3. National toxicology program. (2014). Department of Health and Human Services. *Report of carcinogens, Thirteenth edition*.
4. BROOKES, K. (2011). *There's more to hard materials than tungsten carbide alone*. Metal Powder Report. 66(2). p:36-37, 39-45.
5. MOLAS S, HAMASAI A, LLOBET A, VALLS J, CASELLAS D, RIERA MD. (2013). *Estudio de resistencia a fatiga térmica en moldes de inyección de aluminio utilizando aceros de alta conductividad térmica*. Tratermat 2013. p: 309-319.
6. *Fatiga térmica – Efecto de la temperatura*. (2013). Disponible en: <http://metfusion.wordpress.com/2013/08/20/fatiga-termica/>. [Consulta 05/08/2014].
7. GÓMEZ, B., JIMÉNEZ-SUAREZ, A., GORDO, E. (2009). *Oxidation and tribological behaviour of an Fe-based MMC reinforced with TiCN particles*. Journal of Refractory Metals & Hard Materials 27. p:360–366.