

## CARACTERIZACIÓN DEL COMPORTAMIENTO SUPERPLÁSTICO DE UNA ALEACIÓN Pb-Sn

H. G. Svoboda<sup>a</sup>, G. Conterno<sup>a,b</sup>, L. A. de Vedia<sup>a,c</sup>

<sup>a</sup> Laboratorio de Materiales, Departamento de Ing. Mecánica, Facultad de Ingeniería, Universidad de Buenos Aires, Paseo Colón 850 (C1063ACV), Buenos Aires, Argentina. [hsvobod@fi.uba.ar](mailto:hsvobod@fi.uba.ar)

<sup>b</sup> Centro de Investigación y Desarrollo en Mecánica, Instituto Nacional de Tecnología Industrial, Av. Gral Paz 5445 (B1650WAB), San Martín, Argentina. [conterno@inti.gov.ar](mailto:conterno@inti.gov.ar)

<sup>c</sup> Instituto de Tecnología Prof. J. A. Sábato, UNSAM-CNEA, CIC, Av. Gral Paz 1499 (B1650WAB), San Martín, Argentina. [idevedia@cnea.gov.ar](mailto:idevedia@cnea.gov.ar)

### RESUMEN

*En el presente trabajo se estudió la respuesta superplástica de una aleación Pb-Sn eutéctica en condición *as cast*, para probetas fundidas en moldes metálicos con dos geometrías diferentes. Se analizó el efecto de la velocidad de deformación a temperatura ambiente ( $\sim 0,65 T_f$ ), obteniéndose las curvas tensión de flujo vs. velocidad de deformación para ambos casos. Se comparó el alargamiento a rotura obtenido para diferentes velocidades y se analizaron las superficies de fractura. Asimismo, se caracterizaron las estructuras originales y deformadas mediante microscopía óptica y electrónica de barrido y se realizaron perfiles de microdureza.*

*Para ambas geometrías se observó un aumento en el tamaño de grano con la deformación sin presentar endurecimiento. La máxima deformación a rotura obtenida fue cercana a 200% a una velocidad de deformación de  $2,5 \cdot 10^{-4}$  1/seg, superando los valores típicos reportados en la literatura para aleaciones y condiciones similares. Se discutieron los resultados obtenidos y se contrastaron con datos experimentales obtenidos previamente para aleaciones similares.*

**Palabras clave:** Superplasticidad, Pb-Sn Eutéctico, Deslizamiento de Fronteras de Grano, Velocidad de Deformación

### INTRODUCCIÓN

El estudio del comportamiento superplástico de aleaciones metálicas ha sido un campo de gran interés y desarrollo en los últimos tiempos, debido al lugar de importancia tecnológica que ocupa el proceso de conformado superplástico de componentes de geometrías complejas y por sus méritos intrínsecos en el contexto de mecanismos de falla y de deformación plástica [1].

La superplasticidad es uno de los varios micromecanismos de deformación a elevada temperatura. Este mecanismo obedece a la ecuación constitutiva general para plasticidad en materiales cristalinos a alta temperatura dada por Mukherjee, Bird y Dorn (MBD) [2]. Las aleaciones Pb-Sn de composición eutéctica presentan el modo de superplasticidad denominado Superplasticidad por Estructura Fina (FSS) donde el mecanismo de Deslizamiento de Fronteras de Grano (GBS) es el que controla la deformación superplástica [3].

La compatibilidad de los granos durante el GBS es mantenida a la concurrencia de procesos de acomodamiento, que involucran la migración de fronteras de grano, rotación de grano, difusión o movimiento de dislocaciones. El comportamiento superplástico está determinado fundamentalmente por la temperatura, la velocidad de deformación, el tamaño de grano y la tensión de flujo [1].

El objetivo del presente trabajo es caracterizar el comportamiento superplástico de una aleación Pb-Sn eutéctica, a temperatura ambiente y en condición *as cast*, obtenida por colada en moldes metálicos con diferentes geometrías. En este sentido, se busca obtener una estructura de colada fina que permita lograr resultados comparables con los obtenidos en condición de recrystallizado. Se presentan aquí los resultados correspondientes a la etapa inicial de este trabajo.

### PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

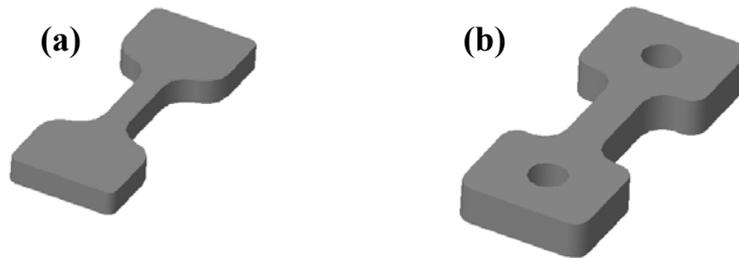
A partir de lingotes de Pb y Sn se preparó una aleación de composición eutéctica. Se colaron probetas de tracción en moldes de acero con dos geometrías diferentes, identificadas como A y B según se muestra en la **Figura 1**.

Las dimensiones de las probetas correspondientes a ambas geometrías se observan en la **Tabla 1**.

**Tabla 1.** Dimensiones de las probetas ensayadas.

Geometría	Long. Cal. (mm)	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )
A	11	3,5	3	10,5
B	11	5	4	20

La aleación fue enfriada en ambos casos en aire hasta su solidificación y luego se completó el enfriamiento en agua para limitar el crecimiento del tamaño de grano. A fin de evaluar el efecto de la geometría sobre las condiciones de extracción de calor se obtuvieron las curvas de enfriamiento para ambos casos. La composición química de las probetas fue analizada semicuantitativamente con una microsonda EDAX DX-4.



**Figura 1.** Probetas de PbSn de composición eutéctica estudiadas (a) Geometría A (b) Geometría B.

Para estudiar el efecto de la velocidad de deformación se obtuvieron las curvas tensión de flujo determinada para una deformación del 2% ( $\sigma_{2\%}$ ) vs. velocidad de deformación ( $d\varepsilon/dt$ ), empleándose una máquina de tracción Interactive Instruments 1000. Para ambas geometrías se realizaron ensayos a velocidades de deformación comprendidas entre  $10^{-5}$  y  $10^{-1}$  s<sup>-1</sup>.

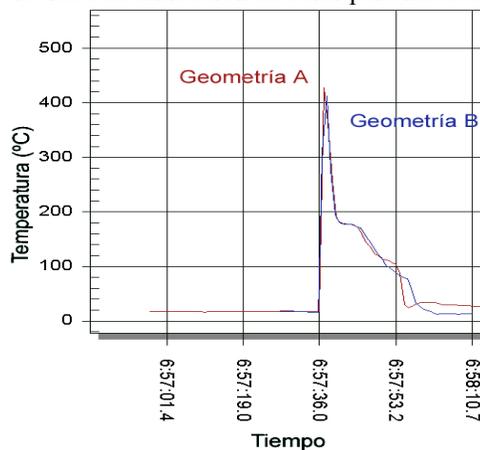
A fin de evaluar el comportamiento superplástico se realizaron ensayos de tracción uniaxial a rotura para ambas geometrías, determinándose el alargamiento a rotura en cada caso.

Se estudiaron las microestructuras antes y después de los ensayos utilizando probetas preparadas metalográficamente a tal efecto. La observación de las muestras se realizó mediante microscopía óptica (en un equipo Zeiss Axiotech) y microscopía electrónica de barrido (Philips SEM 505). Asimismo, se analizó la superficie de fractura con esta última técnica.

Para determinar variaciones en la microdureza luego de la deformación, se realizó un barrido sobre diferentes zonas de las probetas ensayadas con un equipo Frank, utilizando cargas de 100 g.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las curvas de enfriamiento obtenidas se presentan en la **Figura 2**, de donde se desprende que no hubo variaciones significativas en la velocidad de extracción de calor para los dos moldes utilizados.

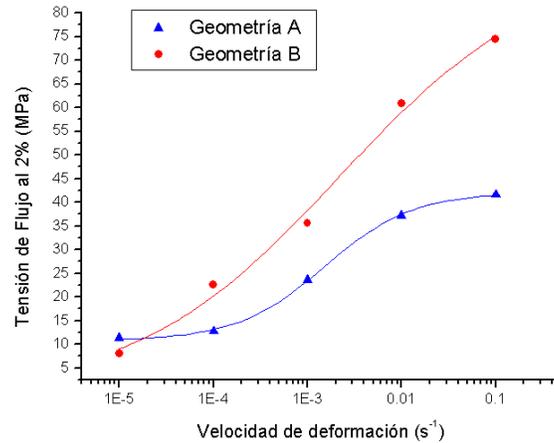


**Figura 2.** Curvas de enfriamiento obtenidas para las diferentes geometrías.

A su vez, puede observarse la solidificación isotérmica a alrededor de 183°C asociada con la temperatura eutéctica, para ambas geometrías.

El análisis semicuantitativo de la composición de la aleación obtenida presentó en promedio valores en peso de 37,6% Pb y 62,4% Sn, cercanos a la composición eutéctica.

La **Figura 3** presenta la tensión de flujo obtenida para diferentes velocidades de deformación.



**Figura 3.** Tensión de flujo ( $\sigma_{2\%}$ ) vs. Velocidad de deformación ( $\dot{\epsilon}$ ) para ambas geometrías.

En esta figura puede observarse que la tensión de flujo para la geometría B fue mayor a la obtenida para la geometría A prácticamente en todo el intervalo de velocidades de deformación estudiado.

Los valores calculados a partir de los ensayos fueron ajustados empleando funciones sigmoideas que modelan satisfactoriamente el comportamiento superplástico, como ha sido previamente reportado [4]. La pendiente de las funciones graficadas es el coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación ( $m$ ), típicamente empleado para caracterizar el comportamiento superplástico [3]. Se ha reportado en diversos trabajos [3] que el rango superplástico está comprendido para valores de  $m$  entre 0,4 y 0,8, aumentando la deformación plástica a rotura a medida que crece este coeficiente. Sin embargo, otros autores [5] han discutido que éste parámetro no necesariamente permite predecir el comportamiento superplástico.

Para un dado material, a una determinada temperatura, existe una máxima velocidad de deformación para la cual el mecanismo dominante de flujo superplástico deja de ser el GBS y otro modo de deformación se vuelve controlante, denominado *creep de dislocaciones controlado por difusión*. Esta velocidad de deformación se encuentra típicamente en el orden de  $10^{-4}$  s<sup>-1</sup> [3].

A partir de las curvas mostradas en la **Figura 3** y considerando lo mencionado anteriormente, se seleccionaron las condiciones para realizar ensayos de tracción a rotura a temperatura ambiente (293°K). Esta temperatura corresponde a 0,65 de la temperatura de fusión de la aleación. La **Tabla 2** muestra las velocidades de ensayo utilizadas y el alargamiento a rotura alcanzado en cada caso.

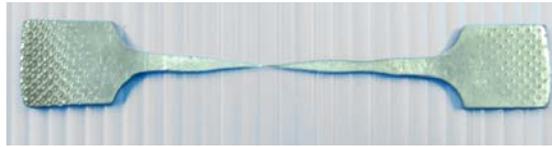
**Tabla 2.** Condiciones de ensayos de tracción a rotura.

Geometría	Vel. de Def. [s <sup>-1</sup> ]	Alarg. Rot. [%]
A	$2,5 \cdot 10^{-4}$	191,5
A	$5 \cdot 10^{-4}$	71,1
B	$2,5 \cdot 10^{-4}$	117,6
B	$5 \cdot 10^{-5}$	72,7

Los valores obtenidos fueron mayores a los reportados por otros investigadores para esta aleación en condición *as cast* donde las máximas deformaciones alcanzadas fueron de 60% [5], siendo comparables a las reportadas para esta aleación en condición recristalizada.

El alargamiento porcentual obtenido para las muestras con geometría A difiere de los valores esperados, ya que para una velocidad de  $5 \cdot 10^{-4}$  el valor del coeficiente  $m$  es mayor que para una velocidad de  $2,5 \cdot 10^{-4}$ , por lo que se estima que defectos internos originados en el conformado de la probeta podrían haber

originado una ruptura anticipada, aunque resulta necesario contar con más datos experimentales para poder comprender los fenómenos involucrados. En la **Figura 4** se muestra una fotografía de una probeta de geometría A ensayada.



**Figura 4.** Probeta ensayada de geometría A con 192% de deformación a rotura.

En las **Figuras 5 y 6** se presentan las micrografías obtenidas para las geometrías A y B respectivamente, antes y después de la deformación. El tamaño de grano inicial medido varió entre 1 y 3  $\mu\text{m}$ . Se observó en ambos casos un importante crecimiento en la microestructura luego de la deformación. El aumento en el tamaño de la microestructura podría originarse por el calentamiento producido debido al deslizamiento entre las interfases, que es el mecanismo predominante en el comportamiento superplástico.

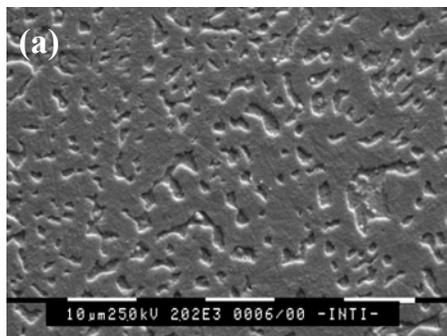


Imagen SEM 2000x

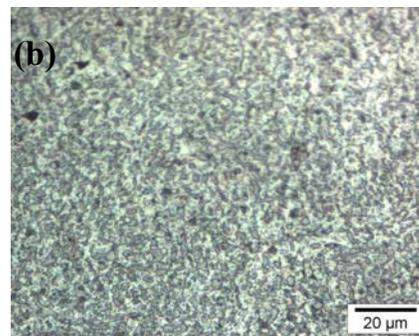


Imagen OM 1000x

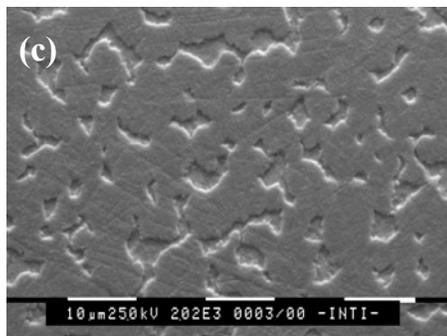


Imagen SEM 2000x

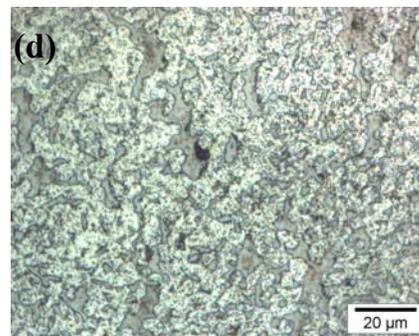


Imagen OM 1000x

**Figura 5.** Microestructura de la probeta de geometría A antes de la deformación (a) micrografía electrónica y (b) óptica y después de la deformación (c) micrografía electrónica y (d) óptica.

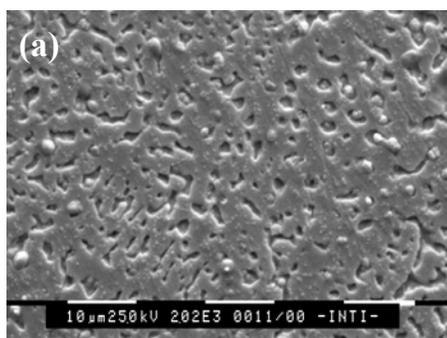


Imagen SEM 2000x

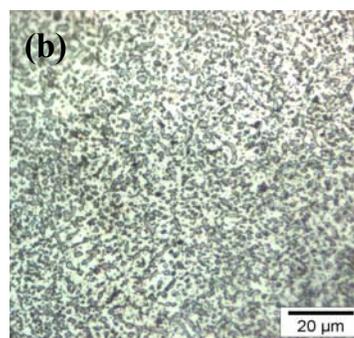


Imagen OM 1000x

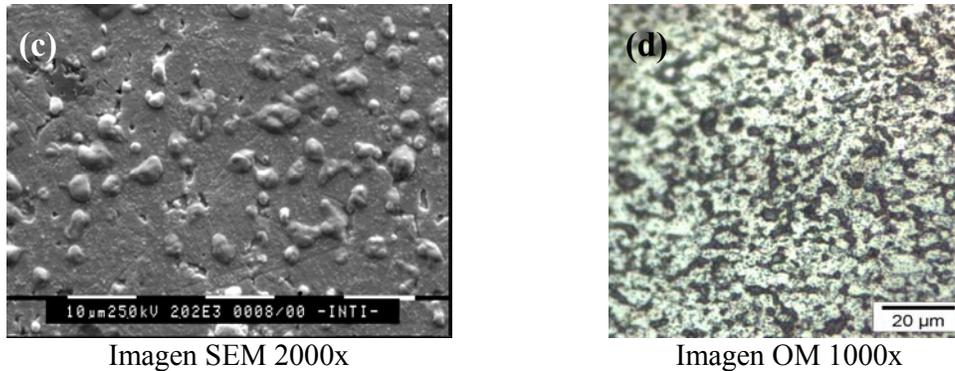


Imagen SEM 2000x

Imagen OM 1000x

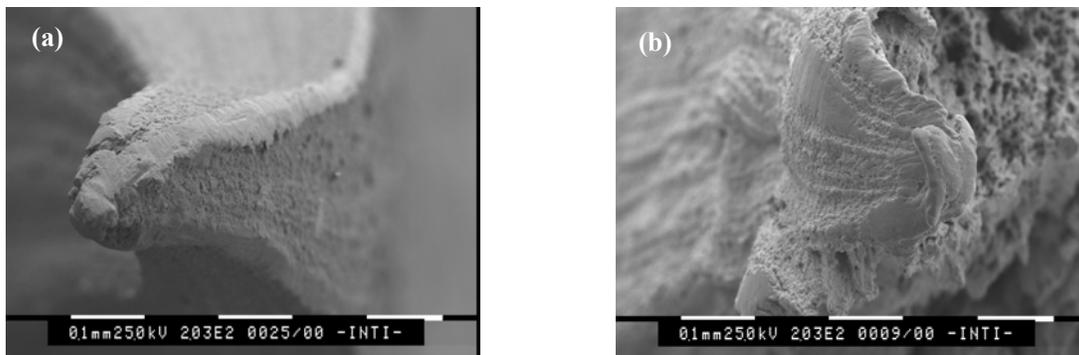
**Figura 6.** Microestructura de la probeta de geometría B antes de la deformación (a) micrografía electrónica y (b) óptica y después de la deformación (c) micrografía electrónica y (d) óptica.

En el caso de la geometría A, el aumento del tamaño de la microestructura medido sobre las micrografías ópticas fue del 92% mientras que para la geometría B este aumento fue del 118%. Otros autores han reportado escaso crecimiento del tamaño de grano para alargamientos del orden del 100% y para tamaños de grano superiores a 10  $\mu\text{m}$ , indicando que a menor tamaño de grano existe un mayor crecimiento de la microestructura [6]. En este sentido, los resultados obtenidos en el presente trabajo, permiten suponer que un tamaño de grano inicial favorece el crecimiento de la microestructura para menores deformaciones.

Por otra parte, en la **Figura 6 (c)** es posible observar la existencia de microformaciones, que podrían corresponder al desprendimiento producido por el deslizamiento preferencial de una fase respecto de la otra, pudiendo estar vinculado con diversos mecanismos de acomodamiento [1].

Los perfiles de microdureza medidos sobre las probetas ensayadas no mostraron endurecimiento del material luego de la deformación, dando un valor medio de 12 HV(100g.) para ambas geometrías A y B.

En la **Figura 7** se presentan micrografías electrónicas de las superficies de fractura.



**Figura 7.** Micrografías de probetas ensayadas (a) geometría A (b) geometría B

En el caso de la probeta con geometría A es posible observar en las caras una deformación homogénea donde la sección se reduce uniformemente. La imagen SEM de la probeta con geometría B muestra en cambio una deformación dispar, presentando cavidades, zonas con desgarramiento y una superficie última irregular. En ambos casos se observó la aparición de irregularidades sobre la superficie generadas durante la deformación.

## CONCLUSIONES

1. Se obtuvieron probetas de PbSn de composición eutéctica con dos geometrías diferentes y se estudió su comportamiento superplástico en condición *as cast* a temperatura ambiente. La geometría no modificó notoriamente las condiciones de enfriamiento pero si la respuesta superplástica.
2. Los ensayos realizados permitieron obtener las curvas tensión de flujo al 2% vs. velocidad de deformación para ambas geometrías, que fueron ajustadas satisfactoriamente mediante funciones sigmoidales. Se observaron variaciones significativas en la tensión de flujo en función de la geometría. Estas diferencias podrían deberse a defectos internos producidos durante el proceso de obtención de las probetas, aunque es necesario realizar más trabajo experimental que permita aportar datos al respecto.

3. La máxima deformación a rotura obtenida fue de 192%. En general, los valores de alargamiento a rotura fueron superiores a los reportados previamente para aleaciones PbSn eutéctica en condición *as cast* a 20°C y fueron comparables a los resultados para aleaciones con tratamientos de recristalización.
4. Se observó un aumento del tamaño de la microestructura con la deformación, que podría deberse al calentamiento por fricción generada por el deslizamiento de las interfases durante los ensayos. La estructura fina original favorecería este crecimiento. Los barridos de microdureza determinaron que no hubo endurecimiento por deformación.
5. En las muestras de geometría B deformadas se observaron microformaciones que podrían asociarse a la separación de las fases, producto de diferentes mecanismos de acomodamiento así como a diferencias en la dureza entre ambas.
6. De la observación de las muestras ensayadas a rotura se desprende que en algunos casos la deformación fue uniforme, permitiendo un mayor alargamiento y presentando un área última menor, mientras que las probetas con una ruptura irregular presentaron cavidades y zonas con desgarramiento y un menor alargamiento a rotura.

#### REFERENCIAS

1. A. Mukherjee: "An examination of the constitutive equation for elevated temperature plasticity"; *Materials Science and Engineering*, 2002, A322, pp 1-22. (*Paper*)
2. A- Mukherjee, J. Bird and J. Dorn; *Transactions of American Society for Metals*, 1969, Vol. 62, pp 155-179. (*Paper*)
3. O. Sherby and J. Wadsworth: "Superplasticity – Recent advances and future directions"; *Progress in Materials Science*, 1989, Vol. 33, pp 169-221. (*Paper*)
4. T. Ha and Y. Chang: "An internal variable approach to grain size effect on superplasticity of a Pb-Sn eutectic alloy"; *Scripta Materialia*, 1999, Vol. 41 (1), pp 103-108. (*Paper*)
5. T. Ha and Y. Chang: "An internal variable approach to deformation behavior of Pb-Sn eutectic alloy"; *Scripta Materialia*, 1996, Vol. 35 (11), pp 1317-1323. (*Paper*)
6. B. Kashyap and G. Murty: "Experimental constitutive relations for the high temperature deformation of a Pb-Sn eutectic alloy", 1981, Vol. 21, pp 205-213. (*Paper*)

#### AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a Belén Parodi y Luciano Dutrey de INTI-Mecánica por la realización de la microscopía electrónica de barrido.