







Acoustic solution to characterize a mechanical construction steel induced microstructural changes

Jorge Wilfredo Vera Alvarado, Dr.¹, Luis Fernando Caballero Garcia, Bach.¹, Martin Taboada Neira, Dr.¹
¹Universidad Nacional de Trujillo, Perú, jvera@unitru.edu.pe, lcaballero@unitru.edu.pe, mtaboada@unitru.edu.pe

Abstract– To evaluate the useful life of a component in service, it is important to know the evolution of the mechanical properties; such characterization is not feasible using conventional methods because they are inherently destructive. Therefore, the objective of the research was to present a non-destructive technological alternative to determine the hardness of a medium-carbon mechanical construction steel through acoustic measurements obtained by ultrasound. Nine experimental runs were planned, for this purpose the heating temperature and cooling severity were varied to induce microstructural differences and therefore their properties. Each sample was characterized by optical microscopy, hardness measurements and acoustic properties by ultrasound. The results subjected to statistical tests reported that there is a significant difference in the measurement of its properties between one sample and another, the experimental data arranged in a contour graph showed that hardness presents a negative correlation with respect to the speed and attenuation measurements. The harder the material, the greater the resistance to the propagation of the ultrasonic beam due to the structural effect of the phases. The correlation obtained is presented as a new technological solution aimed at obtaining mechanical properties through acoustic measurements.

Keywords: Shelf life, thermal cycle, characterization

Solución acústica para caracterizar un acero de construcción mecánica inducido a cambios microestructurales

Jorge Wilfredo Vera Alvarado, Dr.¹, Luis Fernando Caballero Garcia, Bach.¹, Martin Taboada Neira, Dr.¹
¹Universidad Nacional de Trujillo, Perú, jvera@unitru.edu.pe, lcaballero@unitru.edu.pe, mtaboada@unitru.edu.pe

Abstract– Para evaluar la vida útil de un componente en servicio es importante conocer la evolución de las propiedades mecánicas, dicha caracterización es inviable mediante métodos convencionales por ser inherentemente destructivos. Con lo cual, el objetivo de la investigación fue presentar una alternativa tecnológica no destructiva para determinar la dureza de un acero de construcción mecánica de medio carbono mediante medidas acústicas obtenidas por ultrasonido. Fueron planificadas nueve corridas experimentales, para tal efecto se varió la temperatura de calentamiento, y severidad de enfriamiento para inducir diferencias microestructurales y por tanto sus propiedades, cada muestra fue caracterizada por microscopía óptica, medidas de dureza y propiedades acústicas por ultrasonido. Los resultados sometidos a pruebas estadísticas reportaron que existe diferencia significativa en la medida de sus propiedades entre una y otra muestra, los datos experimentales ordenados en una gráfica de contorno, mostraron que la dureza presenta una correlación negativa respecto a las medidas de velocidad y atenuación, cuanto más duro es el material, mayor es la resistencia a la propagación del haz ultrasónico por efecto estructural de las fases. La correlación obtenida se presenta como una nueva solución tecnológica destinada a obtener propiedades mecánicas a través de medidas acústicas.

Palabras claves Vida útil, ciclo térmico, caracterización.

I. INTRODUCCIÓN

En principio, los métodos y técnicas no destructivas son desarrollados para detectar defectos durante la fabricación o en situación de servicio para reparación y mantenimiento en la industria. Como las propiedades acústicas en un material son afectadas por su estructura interna, el método de ultrasonido industrial se presenta como una alternativa de carácter no destructivo para determinar las propiedades mecánicas, acentuando su importancia para componentes en servicio, donde los métodos convencionales están limitados por su carácter destructivo. El acero por ser un material de ingeniería que presenta la posibilidad de producir cambios radicales en sus propiedades a medida que varía la microestructura, resulta ser atractivo para su caracterización. Se ha demostrado la relación entre la longitud de onda del haz ultrasónico con los cambios en la microestructura [1].

Múltiples investigaciones han demostrado la importancia de las pruebas no destructivas para caracterizar materiales

cristalinos polimórficos, para caracterización mecánica y monitoreo de la microestructura en diferentes tipos de materiales, ya sea durante o después de la fabricación [2]. Inclusive, para evaluar la degradación durante la vida útil de un material en servicio [3].

Mediciones acústicas por interacción con la microestructura del material son factores clave y útiles para determinar constantes elásticas y relaciones entre la microestructura y propiedades mecánicas del material [4]. La rapidez del haz ultrasónico es afectada por los constituyentes y detalles microestructurales, como la orientación y tamaño de los granos, así mismo, está en función de las propiedades elásticas del material policristalino. Generalmente, una subestructura que tensa la red o interrumpe la continuidad de la matriz, reduce el módulo elástico y por tanto la rapidez de propagación de la onda. En aleaciones ferrosas, la rapidez del haz disminuye conforme incrementa el tamaño de grano promedio [5], porque se genera un camino más largo de recorrido del haz ultrasónico y experimenta mayor dispersión en borde de grano [6]. Cuanto más pequeño es el grano, mayor es la rapidez con que se propaga la onda y cuanto mayor es el tamaño del grano, mayor será la atenuación (correlaciones positivas) [7].

La distribución del tamaño de grano es un factor importante que afecta las pérdidas de energía por atenuación. Materiales con granos grandes presentan mejor sensibilidad para la medición de su tamaño usando medidas de atenuación con ondas de corte [8]. En materiales policristalinos, cuanto mayor es el borde grano en la ruta de propagación de ondas, se produce un aumento significativo en la distorsión del haz ultrasónico [9], comportamiento similar se produce en aceros inoxidables austeníticos [10]. El mecanismo dominante en borde de grano, es por dispersión [10, 11, 12,], con lo cual, un número relativamente pequeño de granos grandes dominan los procesos de dispersión [13]. La onda acústica se atenúa por pérdida de energía conforme se propaga en un material, por mecanismos de (1) difracción, (2) absorción y (3) dispersión [14, 15]. Los regímenes de dispersión, son extensamente discutidos por [5] y [11].

Descartando la influencia del tamaño de grano, diversos constituyentes microestructurales en los materiales policristalinos reportan variaciones en sus mediciones acústicas. En constituyentes transformados desde la región austenítica en aceros al carbono, se ha determinado que la

Digital Object Identifier: (only for full papers, inserted by LACCEI).
ISSN, ISBN: (to be inserted by LACCEI).
DO NOT REMOVE

rapidez de propagación del haz y la atenuación, aumentan en el siguiente sentido de transformación (1) martensita, (2) bainita, (3) perlita fina, (4) perlítica gruesa, hasta una ratio mayor de velocidad en (5) estructuras ferríticas, por desarrollar menor distorsión en la red del enrejado cristalino [16, 17]. Las medidas acústicas en estructuras perlíticas son afectadas por el espacio entre láminas de ferrita y cementita [2]. Si bien, la fase ferrítica ofrece menor resistencia a la propagación del haz, es significativamente alta en la fase martensítica debido a la estructura tetragonal de cuerpo centrado que presenta alta distorsión de la red cristalina y elevada densidad de las dislocaciones [5, 18].

Para la caracterización mecánica de propiedades mediante pruebas convencionales destructivas para un componente en servicio no es factible de realizar, además de requerir costos adicionales para preparación de probetas. Nuestro objetivo fue obtener una correlación entre las propiedades acústicas junto a medidas de dureza en muestras de acero de construcción mecánica de medio carbono sometido a diferentes ciclos de calentamiento – enfriamiento para modificar sus propiedades. Los resultados se presentan como una alternativa tecnológica destinada a la caracterización mecánica en componentes en servicio mediante mediciones acústicas.

II. MATERIALES Y MÉTODOS

A. Material objeto de estudio

Para el estudio, fueron adecuadas diez probetas de geometría cilíndrica, por corte mecánico de 12.0 mm de altura, desde una barra de acero para construcción mecánica de 30.0 mm de diámetro, las caras en las probetas fueron cuidadosamente desbastadas y pulidas como se muestra en la Fig. 1, para asegurar paralelismo, planicidad y evitar cualquier factor que afecte las mediciones experimentales. Una muestra fue tomada en estado intacto para su caracterización, el análisis químico fue por espectroscopia de emisión óptica, la constitución química fue 0.446 % C, 0.11 % Si, 0.50 % Si, y 0.035 % P.

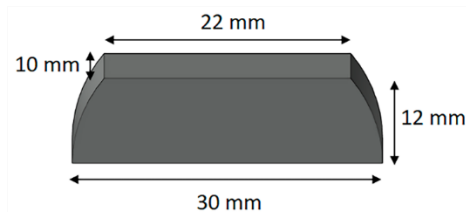


Fig. 1 Probetas de geometría cilíndrica para el estudio

B. Métodos y técnicas

Cada muestra fue impuesta a un ciclo térmico de calentamiento - enfriamiento diferente, con lo cual nueve corridas experimentales fueron desarrolladas, por calentamiento durante 60 minutos en la región de austenización, en un horno tipo mufla de resistencia eléctrica a temperaturas de 860, 900 y 940 °C, se varió el medio de enfriamiento, en el siguiente orden de severidad, (1) aceite, (2) aire seco y (3) dentro del horno.

Los detalles microestructurales en cada muestra, fue obtenida por metalografía óptica con un microscopio metalográfico ZEISS AXIO modelo Vert.A1, cada muestra fue cuidadosamente preparada por desbaste y pulido mecánico con pasta de diamante de 3.0 μm, el ataque químico fue realizado con el reactivo Nital 3 % (3 ml de ácido nítrico concentrado en 97 ml de alcohol). El ensayo de dureza, fue a la indentación para escala Vicker en un equipo de ensayo marca Innovatest Falcon 500, el procedimiento de ensayo fue de acuerdo a la referencia establecida en el estándar ASTM E384 [19], la carga de prueba fue 9.8 N y tiempo para indentación; 10 s, fueron realizadas tres mediciones de dureza en cada muestra.

Las medidas acústicas fueron realizadas de acuerdo a las normas referencia ASTM E 494-20 [20] y ASTM E 664 [21], el equipo de ensayo fue marca Krautkramer, modelo USM 36 de General Electric, conectado a una unidad de rastreo de 5.0 MHz que, acoplado por contacto directo a la superficie superior de la muestra, actúa como emisor receptor de ondas compresivas desde la pared posterior [22]. La secuencia experimental se aprecia en la Fig. 2.

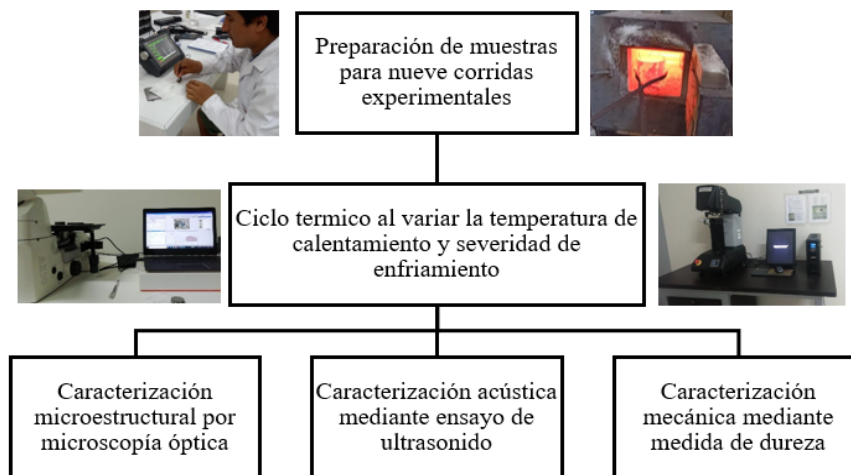


Fig. 2 Secuencia experimental

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A. Caracterización Microestructural

La muestra en condición intacta presentó una estructura ferrítica (zonas claras) y perlítica (zona oscura) como se aprecia en la Figura 3, que son constituyentes típicos de un acero de medio carbono enfriado lentamente dentro del horno. Cuando fueron sometidas a diferentes ciclos térmicos experimentaron modificaciones microestructurales respecto a su condición intacta, los detalles microestructurales se aprecian en la Figura 4.

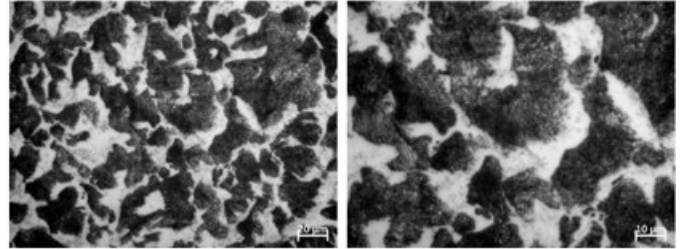


Fig. 3 Constituyente microestructural del acero en condición de suministro a (a)250X y (b) 500X

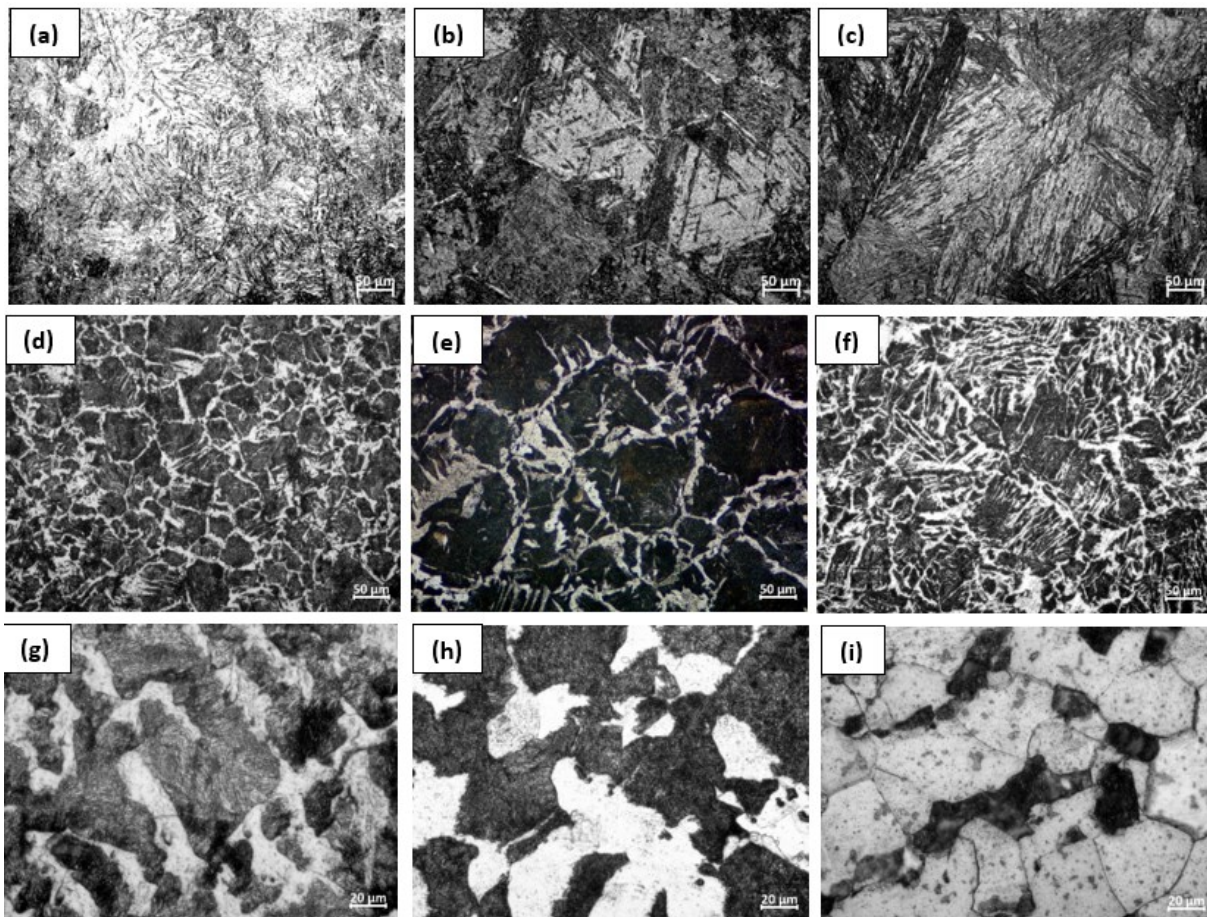


Fig.4 Detalles microestructurales en muestras calentadas y enfriadas (a) aceite a 860 °C, martensita + bainita superior; (b) aceite a 900 °C, martensita + bainita inferior; (c) aceite 940 °C, martensita; (d) aire a 860 °C, ferrita en borde de grano + ferrita widmanstatten + perlita; (e) aire a 900 °C, ferrita + bainita superior + perlita, (f) 940 °C, ferrita + bainita inferior + perlita; (g) 860°C, ferrita + perlita; (h) 900 °C, ferrita + perlita gruesa; (i) 940 °C, ferrita + perlita gruesa

Las muestras enfriadas en aceite desde la región de austenización que se aprecian en la Figura 3 (a, b, c), presentaron morfologías que forman listones aciculares alineados muy delgados (Martensita), conforme incrementó la temperatura de austenización, aumento el grado de acicularidad. Muestras enfriadas en aire, presentaron morfología acicular en forma de placas (ferrita widmanstatten) y perlita fina, tal como se aprecia en Figura 3 (d, e, f), hay presencia de bainita cuando incrementó la temperatura de austenización. Muestras enfriadas dentro del horno presentaron estructuras compuestas por ferrita y perlita, tal como se aprecia en la Figura 3 (g, h, i), la proporción de ferrita incremento con la temperatura de austenización.

B. Caracterización Mecánica y Acústica

Las medidas de dureza y propiedades acústicas en cada muestra para las nueve corridas experimentales que se detallan en la Tabla I, mostraron diferencias notorias debido a los cambios microestructurales, que experimenta un acero de construcción mecánica expuesto a ciclos térmicos diferentes.

Las pruebas estadísticas post anva que se detallan en la Tabla II, demuestran que las variables temperatura de calentamiento y severidad de enfriamiento afectan las propiedades acústicas y Mecánicas (dureza) de manera significativa ($P < 0.05$).

TABLA I
MEDIDAS EXPERIMENTALES EN MUESTRAS

Temperatura °C	Severidad de enfriamiento	Velocidad (m/s)	Velocidad (m/s)	Velocidad (m/s)	Atenuación (dB/mm)	Atenuación (dB/mm)	Atenuación (dB/mm)	Dureza (Hv)	Dureza (Hv)	Dureza (Hv)
860	Aceite	5860.15	5861.2	5859.9	0.0981	0.0979	0.0978	468.6	472.5	461.4
900	Aceite	5857.81	5851.52	5848.71	0.1057	0.1056	0.1054	447.2	442.5	441.7
940	Aceite	5841,52	5836.4	5834.10	0.1144	0.1146	0.1145	424.6	419.0	422.5
860	Aire	5919,87	5923.42	5921.03	0.1259	0.1260	0.1259	276.6	297.0	284.3
900	Aire	5912.64	5908.67	5909.35	0.1312	0.1314	0.1316	253.6	257.3	257.4
940	Aire	5902,62	5895.73	5903.38	0.1351	0.1356	0.1354	244.3	247.9	246.5
860	Horno	5952.59	5956.58	5951.04	0,1362	0.1374	0.1367	216.3	222.5	225.0
900	Horno	5940.12	5941.80	5939.27	0.1389	0.1394	0.1381	206.3	201.5	205.8
940	Horno	5932.82	5932.03	5933.31	0.1453	0.1441	0.1448	175.7	184.4	180.1
Muestra	Intacta	5908.15	5910.33	5912.06	0.1243	0.1247	0.1252	217.6	218.4	216.0

TABLA II
PRUEBA POST ANOVA

Variable dependiente:	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Dureza (Hv)	tipo III				
Severidad de enfriamiento	286517,002	2	143258,501	6180,856	,000
Temperatura de calentamiento	8022,087	2	4011,043	173,056	,000
Enfriamiento * Temperatura	224,778	4	56,194	2,424	,086
Variable dependiente: Velocidad (m/s)					
Severidad de enfriamiento	39387,531	2	19693,766	2447,960	,000
Temperatura de calentamiento	2088,168	2	1044,084	129,781	,000
Enfriamiento * Temperatura	49,601	4	12,400	1,541	,233
Variable dependiente: Atenuación (dB/mm)					
Severidad de enfriamiento	,006	2	,003	19099,023	,000
Temperatura de calentamiento	,001	2	,000	1974,371	,000
Enfriamiento * Temperatura	7,079E-005	4	1,770E-005	120,667	,000

En la Figura 5, se aprecia que las medidas de dureza en las muestras presentaron una tendencia a disminuir con el incremento de la temperatura de calentamiento y a incrementar conforme la severidad de enfriamiento vario en el siguiente orden, dentro del horno, en aire, llegando a valores máximos cuando el medio de enfriamiento fue en aceite.

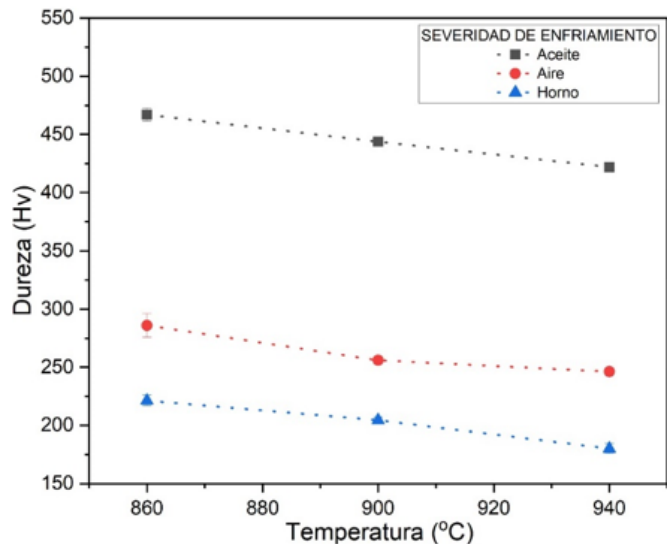
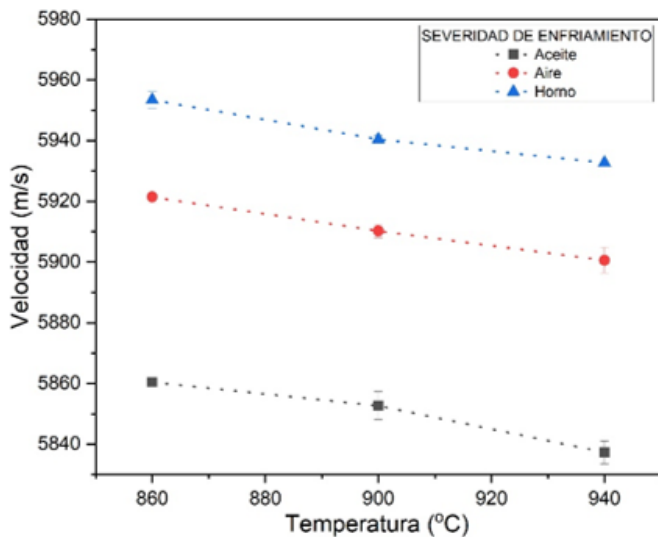


Fig. 5 Efecto de la temperatura de calentamiento y severidad de enfriamiento sobre la dureza

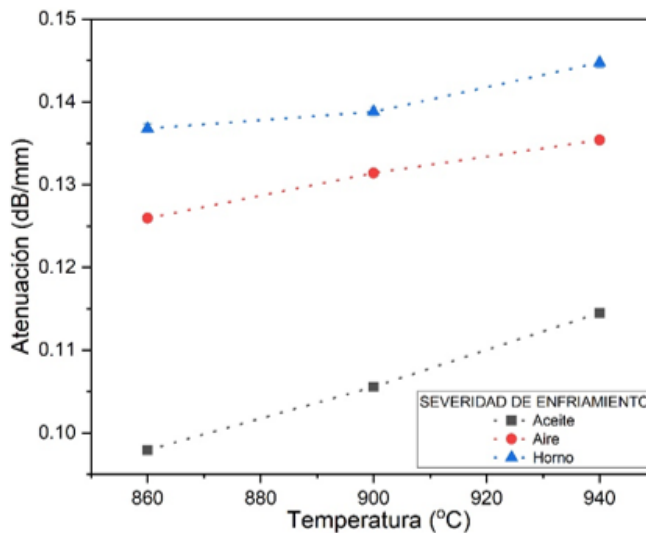
Las medidas acústicas que se detallan en la Tabla I, Reportaron los valores más bajos para muestras enfriadas en aceite por presencia de estructuras aciculares martensíticas, que, por disponer de una alta densidad de dislocaciones, disminuyen la velocidad de la onda [2, 6,], dichos parámetros incrementaron en muestras enfriadas al aire, cuyas estructuras ferríticas – perlíticas - bainíticas presentan menor distorsión de red. Los valores mayores se encuentran en muestras con estructuras ferríticas perlíticas producto de transformaciones cercanas al equilibrio. En general, independiente a la severidad de enfriamiento, las medidas acústicas en las muestras de acero, presentan cambios y una tendencia diferente, conforme varia la temperatura de calentamiento en la zona de austenización, como se aprecia en la Figura 4 (a), la velocidad tiende a disminuir y Figura 4 (b), la atenuación a aumentar, conforme incrementa la temperatura de austenización, como consecuencia de mayor extensión del borde de grano, donde la dispersión a través de la muestra es mayor [2, 5, 6, 15, 23].

C. Correlación Acústica con Medidas de Dureza

Nuestra propuesta de correlación entre las propiedades acústicas y mecánica en una primera fase a través medidas de dureza, es realizada procesando los datos experimentales a una gráfica de contorno, como se aprecia en la Figura 7, para ser de utilidad en aplicaciones industriales, destinadas a obtener características mecánicas en componentes en servicio mediante medidas acústicas.



(a)



(b)

Fig. 6 Efecto de la temperatura de calentamiento y severidad de enfriamiento sobre (a) Velocidad; (b) Atenuación

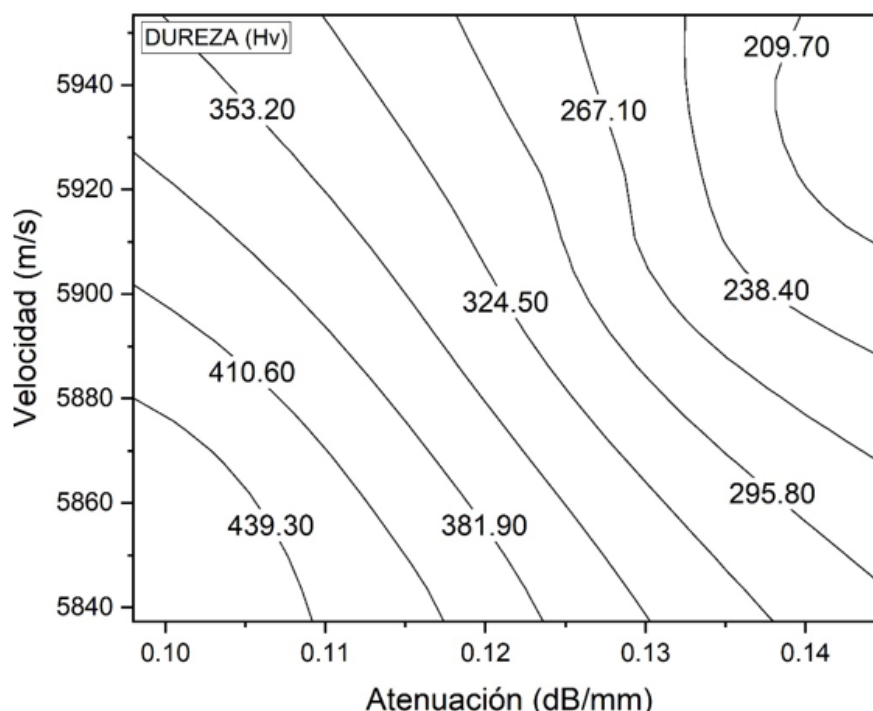


Fig. 7 Correlación de parámetros acústicos con la dureza del acero de medio carbono

III. CONCLUSIONES

La correlación obtenida entre las propiedades acústicas junto a la dureza en muestras de acero de construcción mecánica inducido a cambios microestructurales por diferentes ciclos de calentamiento – enfriamiento, posibilita su utilidad para aplicaciones industriales y se presenta como una nueva solución tecnológica destinada a obtener propiedades mecánicas a través de medidas acústicas mediante ultrasonido industrial por la técnica pulso eco, con ondas compresivas. De hecho, se sugiere que futuras investigaciones contemplen el uso de ondas transversales para la caracterización acústica.

Conforme incrementa la temperatura de calentamiento en las muestras, sin importar el medio de enfriamiento, incrementa la atenuación y disminuye la velocidad del haz por efecto de borde de grano, sin embargo, existe una correlación negativa entre la dureza y las propiedades acústicas del material, probablemente prevalece el efecto estructural de las fases en las muestras.

REFERENCIAS

- [1] E. Generazio, “The role of the reflection coefficient in precision measurement of ultrasonic attenuation”, [Annual Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, LaJolla, California, 1984].
- [2] C. Hakan, and B. Orkun, “Characterization of microstructural phases of steels by sound velocity measurement”, *Materials Characterization*, vol. 55, no. 2, pp. 160-166, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2005.05.002>
- [3] R. Green, “Ultrasonic nondestructive materials characterization”, In Analytical Ultrasonics in Materials Research and Testing, A. Vary, Ed. NASA. Lewis Research Center, 1984.
- [4] S. Hirsekorn, “The scattering of ultrasonic waves by polycrystals”, *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 72, pp. 1021–1031, 1982. <https://doi.org/10.1121/1.388233>
- [5] E. Papadakis, “Ultrasonic attenuation and velocity in AISI/SAE 52100 steel quenched from various temperatures”, *Metallurgical Transactions*, vol. 1, pp. 1053-1057, 1970. <https://doi.org/10.1063/1.1702596>
- [6] P. Palanichamy, A. Joseph, T. Jayakumar, and B. Raj, “Ultrasonic velocity measurements for estimation of grain size in austenitic stainless steel”, *NDT & E International*, vol. 28, no. 3, pp. 179-185, 1995. [https://doi.org/10.1016/0963-8695\(95\)00011-L](https://doi.org/10.1016/0963-8695(95)00011-L)
- [7] S. Dixon, S. Burrows, B. Dutton, and Y. Fan, “Detection of cracks in metal sheets using pulsed laser generated ultrasound and EMAT detection”, *Ultrasonics*, vol. 51, no. 1, pp. 7-16, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.ultras.2010.05.002>
- [8] J. Zhang, Y. Song, X. Li, C. Zhong, “Comparison of Experimental Measurements of Material Grain Size Using Ultrasound”, *Journal of Nondestructive Evaluation*, vol. 39, no. 2, pp. 1-8, 2020. <https://doi.org/10.1007/s10921-020-00675-4>
- [9] W. Li, B. Chen, X. Qing, Y. Cho, “Characterization of Microstructural Evolution by Ultrasonic Nonlinear Parameters Adjusted by Attenuation Factor”, *Metals*, vol.9, no. 3, 271, 2019. <https://doi.org/10.3390/met9030271>
- [10] A. Moghanizadeh, and A. Farzi, “Effect of heat treatment on an AISI 304 austenitic stainless steel evaluated by the ultrasonic attenuation coefficient”, *Materials Testing*, vol. 58, no. 5, pp. 448–452, 2016. <https://doi.org/10.3139/120.110878>
- [11] L. Botvina, L. Fradkin, and B. Bridge, “A new method for assessing the mean grain size of polycrystalline materials using ultrasonic NDE”, *Journal of Materials Science*, vol. 35, pp. 4673–4683, 2000. <https://doi.org/10.1023/A:1004890604013>
- [12] T. Wan, T. Naoe, T. Wakui, M. Futakawa, H. Obayashi, and T. Sasa, “Effects of Grain Size on Ultrasonic Attenuation in Type 316L Stainless Steel”, *Materials*, vol. 10, no. 7, 753, 2017. <https://doi.org/10.3390/ma10070753>
- [13] M. Toozandehjani, K. Matori, F. Ostovan, F. Mustapha, N. Zahari, and A. Oskoueian, “On the correlation between microstructural evolution and

- ultrasonic properties: a review”, *Journal of Materials Science*, vol. 50, pp. 2643–2665, 2015. <https://doi.org/10.1007/s10853-015-8855-x>
- [14] A. Ruiz, K. Fuentes, V. Lopez, C. Leon, “Microstructural and ultrasonic characterization of 2101 lean duplex stainless steel welded joint”, *Applied Acoustics*, vol. 117, pp. 12-19, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.apacoust.2016.10.018>
- [15] C. Hakan, and I. Cam, “Comparison of magnetic Barkhausen noise and ultrasonic velocity measurements for microstructure evaluation of SAE 1040 and SAE 4140 steels”, *Materials Characterization*, vol. 58, no. 5, pp. 447-454, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2006.06.008>
- [16] N. Tehrani, Z. Abbasi, D. Ozevin, and J. Indacochea, “Metallurgical Characterization of a Low Carbon Steel Microstructure Using Linear and Nonlinear Ultrasonics”, *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 28, pp. 7206–7212, 2019. <https://doi.org/10.1007/s11665-019-04434-z>
- [17] C. Hakan, Y. Keleş, “Ultrasonic characterisation of hot-rolled and heat-treated plain carbon steels”, *Insight - Non-Destructive Testing and Condition Monitoring*, vol. 45, pp. 615-620, 2003.
- [18] M. El-Rayes, E. El-Danaf, A. Almajid, “Ultrasonic characterization of heat-treatment effects on SAE-1040 and 4340 steels”, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 216, pp. 188-198, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.09.005>
- [19] American Society for Testing and Materials. *ASTM E 384-22: Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*, 2022.
- [20] American Society for Testing and Materials, *ASTM E494: Standard Practice for Measuring Ultrasonic Velocity in Materials by Comparative Pulse-Echo Method*, 2020. <https://doi.org/10.1520/E0494-15>
- [21] American Society for Testing and Materials, *ASTM E 664: Standard Practice for the Measurement of the Apparent Attenuation of Longitudinal Ultrasonic Waves by Immersion Method*, 2020. https://doi.org/10.1520/E0664_E0664M-15R20E01
- [22] J. Vera, L. Caballero, M. Taboada, “Parámetros Acústicos en Estándares de Referencia para Calibración del Sistema de Prueba de Ultrasonido Industrial” [21st LACCEI International Multi-Conference for Engineering, Education, and Technology, Buenos Aires, Argentina, 2023]
- [23] M. Aghaie-Khafri F. Honarvar, S. Zanganeh, “Characterization of grain size and yield strength in AISI 301 stainless steel by ultrasonic attenuation measurements”, *Journal of Nondestructive Evaluation*, vol. 31, pp. 191-196, 2012. <https://doi.org/10.1007/s10921-012-0134-z>