

# Relación de parámetros microestructurales con el agrietamiento por corrosión y esfuerzos en aceros API 5L

# Correlation Between Microstructural Characteristics and Stress Corrosion Cracking in API 5L Steels

González-Fong D.ª, González-Velázquez J.ª, Rivas-López D.\*a, Beltrán-Zúñiga M.ª, Dorantes-Rosales H.ª, López-Hirata V.ª, Ferreira-Palma C.<sup>b</sup>

"Instituto Politécnico Nacional, Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, Departamento de Ingeniería en Metalurgia y Materiales

"Universidad Veracruzana, Facultad de Química

\*Autor de contacto: drivasl@ipn.mx

#### Resumen

El trabajo evalúa el efecto de las características microestructurales en aceros grado tubería con la susceptibilidad al agrietamiento por corrosión y esfuerzos (SCC) en ambientes de pH cercano a neutro, utilizando segmentos de tubo con especificación API 5L X56 y X60. La metodología experimental incluye la inmersión de las probetas en solución de NS4 y un arreglo de flexión en tres puntos para simular condiciones de operación. Los resultados muestran formación de picaduras con morfología atípica y la evidencia fotográfica expone grietas transgranularers asociadas al fenómeno. Se observó que la homogeneidad en la microestructura y un mayor contenido de microconstituyente perlítico reduce la formación de picaduras; así mismo los resultados demuestran que la aparición de picaduras es dependiente de la magnitud del esfuerzo aplicado.

## Abstract

The study evaluates the effect of microstructural characteristics in pipeline-grade steels on their susceptibility to stress corrosion cracking (SCC) in near-neutral pH environments, by using pipe segments with API 5L X56 and X60 specifications. Experimental methodology includes immersing the specimens in NS4 solution and using a three-point bending setup to simulate operating conditions. Results show pitting with atypical morphology, and photographic evidence reveals transgranular cracks associated with the SCC phenomenon. Also, it was observed that microstructural homogeneity and a higher content of pearlitic microconstituents reduce pit formation; likewise, the results demonstrate that pit formation depends on the magnitude of the applied stress.

#### Palabras clave:

Agrietamiento por corrosión y esfuerzos, Microestructura, Susceptibilidad, Aceros grado tubería

# Introducción

Una forma de transporte de hidrocarburos que se considera efectiva, segura y económica es realizada en tuberías de aceros al carbono, los cuales regularmente cumplen especificaciones del estándar API 5L [1]; sin embargo, existen mecanismos de daño que pueden provocar fallas en los componentes, derivando posibles incidentes con consecuencias de pérdidas de producto y/o materiales y con ello repercusiones económicas por tanto el estudio de dichos mecanismos se vuelve relevante.

El agrietamiento por corrosión y esfuerzos (SCC, por sus siglas en inglés referentes a Stress Corrosion Cracking), es uno de los mecanismos que se desarrollan

en los sistemas de tuberías. Es un tipo de corrosión que se presenta en combinación de un ambiente que propicia el mecanismo, un material susceptible y la existencia de esfuerzos que no superan el límite de cedencia del material. [2, 15-19]

A pesar de que el SCC ocurre principalmente en ambientes con un pH superior a 9 [3-5, 20-22], diversas investigaciones han demostrado que este mecanismo también se presenta

DOI: 10.59920/RIMTD.2025S7

# **Keywords:**

Stress Corrosion Cracking, Microstructure, Susceptibility, Pipeline-grade steels.

en medios con pH cercano a neutro. Por ejemplo, Zhang et al. concluyeron que inclusiones no metálicas y fases duras favorecen la nucleación de grietas [19]. Abubakar et al. señalaron algunas variables que propician la aparición del SCC como la composición del medio, temperatura y contenido de CO<sub>2</sub> [8]. Eslami y Liu destacaron el papel de las inclusiones y el purgado cíclico [6, 23]. Así mismo, Colwell evidenció que la precarga reduce el tiempo de iniciación de grietas [22]. Fang comparó medios, mostrando que la solución de NS4 es efectiva para simular condiciones de suelo [24]. Finalmente, Asahi mostró que un acabado tipo espejo incrementa la susceptibilidad [25]. Este conjunto de trabajos se tomó para diseñar la metodología experimental de esta investigación y con ello lograr el objetivo establecido el cual es estudiar la relación de los factores microestructurales y mecánicos que propician la aparición del SCC en aceros API 5L que trabajan ambientes con pH cercano a neutro.

# Desarrollo experimental

Se emplearon dos aceros de especificación API 5L [1], que fueron catalogados según es estándar como grado X56 y

X60, para su identificación se usó la nomenclatura A1DM y A2DM respectivamente. en ambientes de pH cercano a neutro. Se estableció un protocolo experimental que inclu-yó caracterización metalúrgica, pruebas mecánicas y exposición prolongada a condiciones simuladas de servicio.

La caracterización metalúrgica consistió en análisis químico mediante espectrometría de emisión óptica según la norma ASTM-E415 [26] y observación microestructural a través de microscopía óptica y electrónica de barrido (SEM), considerando cortes longitudinales, transversales y superficiales. Además, se realizó conteo de inclusiones no metálicas según ASTME45 [27] y análisis de fases y tamaño de grano con base en ASTM-E3 [28] y ASTM-E407 [29].

En cuanto a las pruebas mecánicas, se aplicó un ensayo de tensión uniaxial bajo la normativa ASTME8M [30] para determinar los valores de YS y UTS de cada material, los cuales sirvieron como base para definir los niveles de carga para la prueba de flexión.

Se utilizaron especímenes rectangulares con medidas de 117x65x43mm y fueron preparadas con acabado espejo en todas las superficies, posteriormente fueron sometidos a flexión en tres puntos conforme al estándar ANSI/NACE TM0177-2016 [31], utilizando un portamuestras especialmente diseñado, el cual es mostrado en la Figura 1.



Figura 1. Esquema de portamuestras utilizado.

La flexión utilizada en cada muestra se calculó de acuerdo con la Ec. 1.

$$\delta_{max} = \frac{YSl^2}{6Et} \tag{1}$$

Donde:

ISSN 2448-5837

 $\delta_{max}$  = Flexión máxima

YS= Esfuerzo de cedencia

l= Distancia entre soportes

E= Módulo de Young

t= Espesor de la muestra

Los aceros fueron evaluados en diferentes niveles de carga respecto al YS de cada material, dichos valores son mostrados en la Tabla 1.

**Tabla 1** – Niveles de esfuerzo aplicado.

Probeta	A1DM [%]	A2DM [%]
A	30	61
В	50	102
C	80	163
D	110	225

<sup>\*</sup>Valor porcentual de esfuerzo aplicado a las probetas respecto al esfuerzo de cedencia.

Posteriormente fueron expuestos en una autoclave, mostrada en la Figura 2, a una temperatura de  $80 \pm 5$  °C en una solución NS4 purgada cada 72 horas con una mezcla de gases 5% CO<sub>2</sub> y 95% N<sub>2</sub>. y una duración total de 4320 horas. En las primeras 2160 horas se realizó un monitoreo periódico de temperatura y pH, posteriormente se suspendió el purgado y se disminuyó la temperatura del experimento a temperatura ambiente.



Figura 2. Foto de autoclave empleada

Tras la exposición, las muestras fueron sometidas a análisis macroscópico y microscópico. Se observaron en tres etapas: post-autoclave, post-baño ultrasónico y postdesbaste. Finalmente, se cuantificaron picaduras superficiales y se seleccionaron zonas representativas para observación en SEM, con el objetivo de analizar morfología, profundidad y presencia de grietas.

## Resultados y discusión

# Análisis químico

Con el análisis químico se determinó que ambos aceros cumplen con la especificación API 5L [1] para grados X56 (A1DM) y X60 (A2DM). El acero A1DM presentó menor

contenido de carbono y mayores niveles de inclusiones no metálicas, lo cual se asocia con mayor susceptibilidad a picaduras. Por su parte, el acero A2DM mostró mayor contenido de carbono y perlita, lo que favorece una microestructura más homogénea y resistente al ataque localizado. La Tabla 2 muestra los valores obtenidos en el ensayo, así como la comparación con el estándar utilizado.

Tabla 2 – Composición química. (Valores en %peso)

Acero	С	Mn	P	S
A1DM	0.016	1.128	0.016	0.038
A2DM	0.063	1.058	0.014	0.008
API 5L [1]	*0.280	*1.400	*0.030	*0.030

<sup>\*</sup>Valor máximo admitido por el estándar API 5L [1].

## Análisis microestructural

Los resultados de la evaluación microestructural son mostrados en la Tabla 3. En promedio el acero A1DM presentó un 98-99% de ferrita y sólo 1–2% de perlita, mientras que A2DM alcanzó hasta 8% de perlita. El contenido de inclusiones fue 50% menor en A2DM, comparada con el otro acero.

Tabla 3 – Caracterización microestructural de los aceros.

	%Ferrita		%Perlita		% Inclusiones		Tamaño
Acero	L	T	L	T	L	T	de grano ASTM
A1DM	98.90	97.78	1.09	2.22	0.25	0.13	9
A2DM	91.79	92.38	8.21	7.62	0.11	0.14	10

L=Sección Longitudinal; T=Sección Transversal

La evidencia fotográfica presentada en las Figuras 3 y 4 muestra que las inclusiones presentes en el material son globulares, tipo D y son consideradas no metálicas.

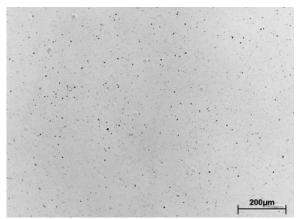


Figura 3. Inclusiones del acero A1DM

Las micrografías de los aceros empleados se muestran en las Figuras 5 y 6. Se observan granos equiaxiales en el acero A1DM y colonias de perlita alineadas en el acero A2DM.

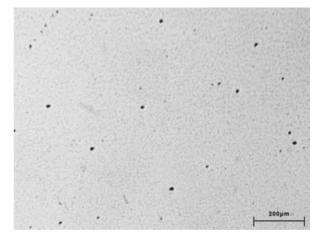


Figura 4. Inclusiones del acero A2DM

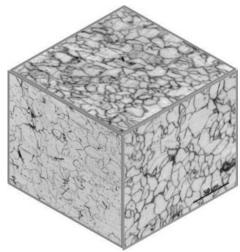


Figura 5. Micrografías del acero A1DM

ISSN 2448-5837

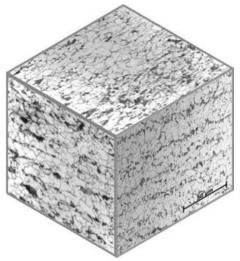


Figura 6. Micrografías del acero A2DM

# Propiedades mecánicas

Los ensayos de tensión uniaxial permitieron obtener el YS y UTS de cada acero, los valores se pueden leer en la Tabla 4, así como lo especificado en el estándar API 5L

[1] para los grados X56 y X60. Se muestra que el acero A1DM alcanzó mayor YS, mientras que el acero A2DM mostró mayor UTS. Estos valores fueron la base para establecer cuatro niveles de carga para cada acero en las pruebas de SCC, según la Ec. 1.

Tabla 4 – Resultados de prueba de tensión uniaxial.

Acero	YS [MPa]	UTS [MPa]	Alargamiento [%]
A1DM	454	460	20.1
A2DM	446	549	23.3
X56	*386	*490	*16
X60	*414	*517	*17

<sup>\*</sup>Valor máximo admitido por el estándar API 5L [1].

# Análisis macroscópico post-pruebas de SCC

ISSN 2448-5837

Una vez terminada la inmersión, se sacaron las muestras para una primera inspección macroscópica, las Figuras 7 y 8 muestran el estado inmediato después de la inmersión; se pudo notar la presencia de unca capa delgada de óxido naranja que en el acero A1DM presentó mayor adherencia.



Figura 7. Inspección macroscópica del acero A1DM.



Figura 8. Inspección macroscópica del acero A2DM

Después de realizar el baño ultrasónico y el desbaste para retirar toda capa de óxido de las muestras, se tomó evidencia, mostradas en las Figuras 9-12, donde se aprecia la aparición y agrupamiento de colonias de picaduras; es posible observar que las picaduras se encuentran principalmente en los tres puntos de carga de acuerdo con la flexión aplicada.



Figura 9. Superficie superior acero A1DM



Figura 10. Superficie inferior acero A1DM



Figura 11. Superficie superior acero A2DM



Figura 12. Superficie inferior acero A2DM

Considerando una picadura como un punto precursor de la iniciación del fenómeno de SCC se realizó un conteo de las estas; se obtuvieron los resultados presentados en la Tabla 5. Al comparar la cantidad de picaduras por unidad obtenidas en cada muestra y relacionarla con los factores microestructurales, se observa que el acero A2DM presenta la menor cantidad de picaduras, coincidiendo con su mayor contenido de perlita, esto se asocia a que, al encontrarse distribuida deforma más uniforme, favorece la distribución de los sitios anódicos y catódicos, lo que disminuye la probabilidad de iniciar picaduras. Asimismo, el acero A2DM contiene menos inclusiones no metálicas, lo que implica una menor cantidad de puntos susceptibles a la nucleación de picaduras.

Tabla 5 - N'umero de picaduras por muestra.

Probeta	A1DM	A2DM
A	429	445
В	575	422
C	665	572
D	858	1673

Al evaluar el número de picaduras según el porcentaje de carga aplicada, se observa que la cantidad de picaduras es superior en el acero A1DM para esfuerzos similares, también es notorio que la presencia de picaduras se potencializa al superar el 200% del YS. Esto demuestra la relación entre el esfuerzo aplicado y la aparición de picaduras precursoras del SCC. La Figura 13 muestra un gráfico de barras de este comportamiento.

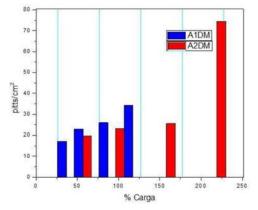


Figura 13. Número de picaduras por unidad de área

# Análisis microscópico post-pruebas de SCC

Con microscopía electrónica de barrido se realizó un análisis de los perfiles de las picaduras encontradas en las muestras. Las Figuras 14 y 15 muestran un ejemplo de la morfología de los aceros A1DM y A2DM respectivamente. En la fotografía referente al acero A1DM se observa el lateral de una picadura la cual es alargada y de poca profundidad, también se puede notar desprendimiento de material en la superficie de la muestra; en contraste, la fotografía del acero A2DM presenta una picadura con morfología semi-circular y de mayor profundidad. En ambos casos es perceptible la existencia de grietas en el fondo de las picaduras.

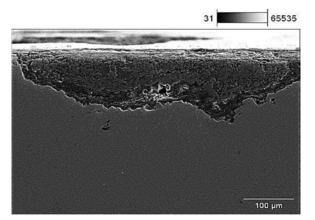


Figura 14. Vista lateral de picadura hallada en muestra de acero A1DM

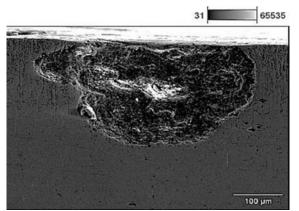


Figura 15. Vista lateral de picadura hallada en muestra de acero A2DM

En la Figura 16 se puede observar una picadura en el acero A1DM con una vista superficial de la misma, en ella es visible la presencia de óxido alrededor, así como un perímetro no circular o semejante.

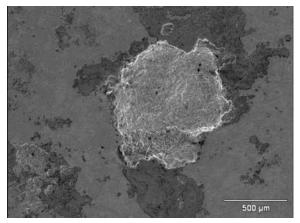


Figura 16. Vista superficial de picadura en acero A1DM

Por su parte, la Figura 17 contiene la fotografía de una picadura en el acero A2DM vista superficialmente; en el caso de esta picadura es posible apreciar una zona de proceso más reactiva en comparación con la picadura del acero A1DM.Si bien la profundidad de picadura es un parámetro importante para determinar la severidad del daño, las picaduras asociadas al SCC de este trabajo presentan una dificultad para medir este parámetro ya que se caracterizan por la ausencia de una forma esférica o un aspecto morfológico definido y presencia de discontinuidades.

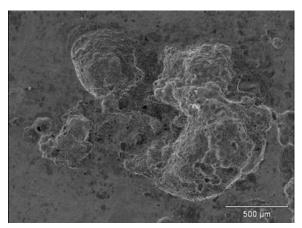


Figura 17. Vista superficial de picadura en acero A2DM

Una vista al interior de las picaduras es mostrada en las Figuras 18 y 19, donde se destaca la presencia de grietas intergranulares (marcadas en azul) y grietas transgranulares (señaladas en verde), este segundo tipo de grita se destaca por ser más corta, delgada y tener mayor cantidad de ramificaciones. Las grietas se pueden ver con mayor claridad en el acero A1DM, de igual manera este acero es el que presenta mayor cantidad de grietas transgranulares, las cuales son asociadas al SCC y características de dicho mecanismo en ambientes de pH cercano a neutro.

EDICIÓN DIGITAL

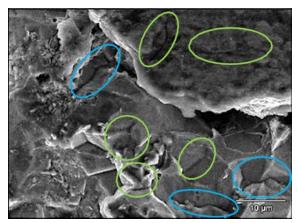


Figura 18. Grietas en picadura de acero A1DM

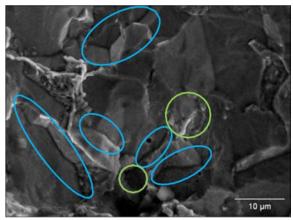


Figura 19. Grietas en picadura de acero A2DM

# Conclusiones

ISSN 2448-5837

El presente estudio señala que los microconstituyentes contribuyen de manera significativa a la susceptibilidad al agrietamiento por corrosión y esfuerzos (SCC) en aceros API 5L [1] expuestos a ambientes con pH ccercano a neutro. El acero A2DM, el cual tiene un mayor contenido de perlita y menor cantidad de inclusiones no metálicas presentó una menor cantidad de picaduras y una mejor resistencia general frente al fenómeno de SCC en comparación con el acero A1DM.

Se observó que una microestructura más homogénea favorece la distribución uniforme de sitios anódicos y catódicos, reduciendo la posibilidad de formación de corrosión localizada y, por tanto, de picaduras las cuales actúan como sitios de nucleación de grietas precursoras del fenómeno de SCC. Así mismo, se determinó que el número de picaduras aumenta con la magnitud del esfuerzo aplicado, demostrando la influencia directa de la carga mecánica en la iniciación del daño.

Desde el punto de vista fractográfico, las grietas asociadas al fenómeno se presentaron en su mayoría como transgranulares, las cuales están ubicadas en el fondo de las picaduras con morfología atípica, esto es característico del SCC con pH cercano a neutro.

# Agradecimientos

Al Instituto Politécnico Nacional, la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, el Departamento de Ingeniería en Metalurgia y Materiales y al Grupo de Análisis de Integridad de Ductos.

# REFERENCIAS

- [1] American Petroleum Institute. (2018). API SPECIFICATION 5L 46th. Line Pipe.
- [2] González V, J. (2017). Fractografía y análisis de falla. Ciudad de México: Edición del Autor.
- [3] Khidir, E., Basha, S., & Al-Assadi, H. (2017). Analysis of Stress Corrosion Cracking of X65 Oil Pipeline. International Journal of Mechanical Engineering and Technology, 212-222.
- [4] Bogdanov, R., Gutman, E., Ryakhovskikh, I., & et al. (2019). Stress corrosion cracking of pipeline steels in near-neutral-pH solutions: the role of mechanochemical and chemomechanical effects. Colección científica y técnica · NOTICIAS DE CIENCIA DEL GAS, N° 3 (40).
- [5] Chen, W. (2015). An overviwe of near-neutral Ph Stress Corrosion Cracking in pipelines and mitigation strategies for its initiation and growth. NACE International, 1938-159X.
- [6] Liu, Z., Li, X., Du, C., & et al. (2009). Effect of inclusions on initiation of stress corrosion cracks in X70 pipeline steel in an acidic soil environment. Corrosion Science 51, 895-900.
- [7] Zhao, J., Chen, W., Yu, M., & et al. (2017). Crack Growth Modeling and Life Prediction of Pipeline Steels Exposed to Near-Neutral pH Environments: Stage II Crack Growth and Overall Life Prediction. METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, 1641-1652.
- [8] Abubakar, S., Mori, S., & Summer, J. (2022). A Review of facotrs affecting SCC initiation and propagation in pipelines carbon steels. Metals, 12, 1997.
- [9] Bueno, A., & Gomes, J. (2009). Environmentally Induced Cracking of API Grade Steel in NearNeutral pH Soil. ABCM, 97-104
- [10] Beavers, J., Johnson, J., & Sutherby, R. (2000). Materials factors influencing the initiation of nearneutral pH SCC on underground pipelines. IPC, 979-988.
- [11] Nyrkova, L. (2020). Stress-corrosion cracking of pipe steel under complex influence of factors. Engineering Failure Analysis, 104757.

- [12] Chen, W. (2016). An overview of near-neutral pH SCC in pipelines and mitigation strategies for its initiation and growth. Corrosion, 1-117
- [13] Fang, B., Han, E., & Wang, J. (2007). Stress corrosion cracking of X-70 pipeline steel in near neutral pH solution subjected to constant load and cyclic load testing. Corrosion Engineering, Science and Technology, 123-129
- [14] Wang, Z., Wang, J., & Han, E. (2007). Influence of intermittent loading on SCC behavior for an X70 pipeline steel in a near-neutral pH solution. Materials and Corrosion, 583-587
- [15] Perez, N. (2004). Electrochemestry and Corrosion Science. Boston: Kluwer Academic Publishers.
- [16] Pedeferri, P. (2018). Corrosion Science and Engineering. Milan: Springer.
- [17] Muraleedharan, P. (2002). Metallurgical Influences on Stress Corrosion Cracking. Indira Gandhi Centre for Atomic Research, 139-165.
- [18] Boven, G., Chen, W., & Rogge, R. (2007). The role of residual stress in neutral pH stress corrosion cracking of pipeline steels. Part I: Pitting and cracking occurrence. Acta Materialia 55, 29-42.
- [19] Zhang, C., Ran, M., Wang, Y., & Zheng, W. (2022). Microestructural effects in the development of nearneutral pH Stress Corrosion Cracking. Materials, 15, 4372
- [20] Baker, M. (2004). Understanding Stress Corrosion Cracking (SCC) in Pipelines. OPS TTO8 Stress Corrosion Cracking Study, 15-28
- [21] Ryakhovskikh, I., Bogdanov, R., Esiev, T., & et al. (2014). Stress Corrosion Cracking of pipeline steel in near-neutral pH environment. Research Gate, 807-814
- [22] Colwell, J., Leis, B., & Singh, P. (2008). Crack initiation of line pipe steels in near-neutral pH environments. SCC and Hydrogen Embrittlement of Pipeline Steel, 233-242.

- [23] Eslami, A., Kania, R., Worthingham, B., & et al. (2011). Effect of CO2 and R-ratio on near-neutral pH stress corrosion cracking initiation under a disbonded coating of pipeline steel. Corrosion Science 53, 2318-2327
- [24] Fang, B., Han, E., Zheng, W., & et al. (2006). Stress Corrosion Crack Initiation of High-strength pipeline steel in near-neutral pH environments. International Journal of ISSI, 20-25
- [25] Asahi, H., Kushida, T., & Kimura, M. (1999). Role of Microstructures on Stress Corrosion Cracking of Pipeline Steels in Carbonate-Bicarbonate Solution. NACE International.
- [26] American Society for Testing and Materials (2021). ASTM-E415-21. Standard Test Method for Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry
- [27] American Society for Testing and Materials. (2023). ASTM E45-18a. Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel.
- [28] American Society for Testing and Materials. (2017). ASTM E3-11. Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens.
- [29] American Society for Testing and Materials. (2023). ASTM E40723. Standard Practice for Microetching Metals and Alloys

ISSN 2448-5837

- [30] American Society for Testing and Materials. (2022). ASTM E8/E8M-22. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials.
- [31] National Association of Corrosion Engineers. (2016). NACE TM0177-2016. Laboratory Testing Of Metals For Resistance To Sulfide Stress Cracking And Stress Corrosion Cracking In H2S Environments.