**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL**

**Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción**

“Elaboración de la aleación ASTM A-560 para temperaturas elevadas y atmósferas ricas en azufre”

**TESIS DE GRADO**

Previa la obtención del Título de:

**INGENIERO MECÁNICO**

Presentada por:

Juan Carlos Güisamano Lasso

GUAYAQUIL – ECUADOR

Año: 2010

### A G R A D E C I M I E N TO

A todas las personas que de una u otra manera colaboraron en la realización de este trabajo y especialmente al Ing. Ignacio Wiesner, Director de Tesis, por su invaluable guía y colaboración.

### D E D I C A T O R I A

A MIS PADRES

A MI FAMILIA

A FRANZISKA

#### TRIBUNAL DE GRADUACIÓN

 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 Ing. Francisco Andrade S. Ing. Ignacio Wiesner F.

 Decano de la FIMCP DIRECTOR DE TESIS

 PRESIDENTE

 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 Ing. Julián Peña E. Ing. Clotario Tapia B.

 VOCAL VOCAL

#### DECLARACIÓN EXPRESA

“La responsabilidad del contenido de esta Tesis de Grado, me corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”

 (Reglamento de Graduación de la ESPOL).

 **\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

 Juan Carlos Güisamano Lasso

**RESUMEN**

El ámbito del presente trabajo, se centró en uno de los retos al que se enfrenta la Ingeniería de Materiales dentro del campo de la Metalurgia, que es la obtención de aleaciones metálicas que son útiles en aplicaciones prácticas como las condiciones: de temperatura extrema y ambientes altamente corrosivos.

El primer problema que fue solventado estaba vinculado a las características propias de la metalurgia de la aleación propuesta (ASTM A-560), la cual debido a sus propiedades específicas son ideales para resistir a los ataques corrosivos del azufre y el proceso de fluencia lenta (creep), por lo que su uso característico se encuentra en la industria petroquímica, en la construcción de partes en los hornos usados en las refinerías.

INTRAMET proporcionó el equipo de fusión que permitió realizar pruebas del proceso de fusión de la aleación ASTM A-560. En las mismas que se fundió acero inoxidable ASTM 304, y que sirvieron para ajustar las condiciones de operación del horno experimental con 100 g. de capacidad de fusión, luego se procedió a fundir cromo y níquel puros, hasta llegar a la composición normalizada del ASTM A-560, la calibración de la operación del horno permitió hacer coladas en menos de diez minutos.

Los análisis de las pruebas de fusión fueron realizadas por medio de los métodos de absorción atómica y rayos X, el primero de los métodos se efectuó en dos universidades diferentes (ESPOL y EPN) y el segundo método se pudo aplicar con la ayuda de la Refinería Estatal de Esmeraldas, dando como resultado la composición química muy cercana a la exigida por la norma.

Se realizaron 17 coladas durante la experimentación y es importante mencionar que la mayor dificultad que se encontró fue tener un resultado confiable de los análisis químicos, lo cual fue resuelto cuando se aplicaron los ensayos directamente en el laboratorio de materiales de la Refinería Estatal de Esmeraldas.

**ÍNDICE GENERAL**

**Pág.**

RESUMEN……………………………………..…………………………...............I

ÍNDICE GENERAL…………………………………………..………………….....III

ABREVIATURAS………………..………………………………………………....VI

ÍNDICE DE FIGURAS………………………………………..…………………...VII

ÍNDICE DE TABLAS………………………………………..…………………......X

INTRODUCCIÓN…………………………………………………………….……...1

CAPITULO 1

1. METALURGÍA DE LA ALEACIÓN…………………………………………….3
	1. Ambientes corrosivos a temperaturas elevadas………………………..3
	2. Química de la zona de combustión rica en Azufre……………………28
	3. Características tecnológicas de los materiales para hornos de refinerías…………………………………………………………………...36
	4. Materiales normalizados resistentes a la corrosión y a la fluencia lenta (creep)……………………………………………………………………...41
	5. Normalización ASTM A-560……………………………………………..47

CAPÍTULO 2

1. TRABAJO EXPERIMENTAL…………………………………………………54
	1. Procedimiento Experimental…………………………………………….54
	2. Construcción de Equipo para fusión……………………………………57
	3. Coladas de Prueba para fusión de materias primas………………….64
	4. Evaluación Metalúrgica de Coladas de Prueba con Patrón de Calidad………………………………………………………………….….67
		1. Control de composición química de muestras……………….…74
		2. Análisis de datos…………………………………………………...76
	5. Coladas de Aleación Normalizada……………………………………...77

CAPÍTULO 3

1. EVALUACION DE LA ALEACIÓN ASTM A-560…………………………...89
	1. Evaluación Metalúrgica…………………………………………………..89
	2. Evaluación Tecnológica………………………………………………….94

CAPÍTULO 4

1. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES……………………………...97

APENDICES

BIBLIOGRAFIA

**ABREVIATURAS**

Amp. Amperio

AISI American Iron and Steel Institute

ASTM American Society Testing Materials

ASM American Society for Metals

atm. Atmósfera

g. Gramo

m Metro

m2 Metro cuadrado

mm milímetro

pulg. Pulgada

ppm Parte por millón

s Segundos

SAE Society of Automotive Engineers

UNS Unified Numbering System

**ÍNDICE DE FIGURAS**

**Pág**.

|  |
| --- |
| Figura 1.1. Diagrama de Temperatura relacionado con el esfuerzo de fluencia para varios metales…………………………......................................5 |
| Figura 1.2. Esfuerzos producidos por rupturas a las 100 horas, para varias aleaciones………………………………………………………………….8 |
| Figura 1.3. Temperaturas de máximo servicio para varios materiales resistentes a la fluencia lenta…………………………………………………….9 |
| Figura 1.4. Capacidades de relativa oxidación/esfuerzos de ruptura de varios sistemas de aleaciones…………………………………...………………9 |
| Figura 1.5. Temperatura de trabajo de superaleaciones con su año aproximado de introducción………………………………………...…………..13 |
| Figura 1.6. Efecto de la temperatura sobre la resistencia y la ductilidad de varios materiales………..………………………………………………………..16 |
| Figura 1.7. Efecto del tiempo de exposición y temperatura sobre las propiedades de tensión de la aleación de aluminio 2024-T4, naturalmente envejecida.........………………………………………………………………….18 |
| Figura 1.8. Fluencia lenta de baja y alta temperatura bajo esfuerzos constantes….…………………………………………………………………..…21 |
| Figura 1.9. Fluencia lenta a temperaturas elevadas en un material como una función de esfuerzos………………………………………………………23 |
| Figura 1.10. Diagrama de estabilidad de un sistema Cr-S-O a 870°C (1600°F)………...……….……………………………………………………..…35 |
| Figura 1.11. Elementos aleantes usados en las superaleaciones de base níquel, beneficios y su ubicación en la tabla periódica……………………………………………………….……………........39 |
| Figura 1.12. Porcentaje de metal desgastado a temperatura de gases de 760 a 920°C (1400-1700°f) para gasolinas con contenido de vanadio sobre los 300 ppm………………………………………………….…………………...48 |
| Figura 1.13 Los ensayos de oxidación cíclica a 980°C (1800°F) sobre muestras calentadas con Na2SO4. Cada ciclo fue de 15 minutos de calentamiento y 5 minutos de enfriamiento. Las especies fuero recalentadas en 65 horas de intervalo………………………………………………………...49 |
| Figura 2.1. Guía metodológica experimental……………………………….56 |
| Figura 2.2. Horno de grafito maquinado...................................................58 |
| Figura 2.3. Conector de cobre para acople a fuente…………..……..........59 |
| Figura 2.4. Curva de voltios-amperios, de máquina soldadora……….….60 |
| Figura 2.5. Fisuras en el microhorno luego de 17 fusiones……………....62 |
| Figura 2.6. Proceso de revestimiento de fibra cerámica al microhorno de fusión………………………………………………………………..…………….63 |
| Figura 2.7. Primer ensayo del microhorno de fusión…...…………............65 |
| Figura 2.8. Colada de prueba Nó 2...………………………………………66 |
| Figura 2.9. Muestra patrón de calidad……………………………………..69 |
| Figura 2.10. Metalografías para la aleación 50%Cr-50%Ni ……………...70 |
| Figura 2.11. Metalografías de muestra de patrón de calidad….…….…..73 |
|  Figura 2.12. Operación de analizador óptico por radiación, NILTON xLi, portable XRF……………………………………………………………………77 |
| Figura 2.13. Colada normalizada Nó 3……………………..……………….81 |
| Figura 2.14. Colada normalizada Nó 4……….……….……….……………81 |
| Figura 2.15. Colada normalizada Nó 5………………………………….....82 |
| Figura 2.16. Colada normalizada Nó 6………………………………….....82 |
| Figura 2.17. Colada normalizada Nó 7…………………………………….83 |
| Figura 2.18. Análisis de composición química de la colada normalizada Nó 7………………………………………………………………………..……..86 |
| Figura 2.19. Ataque electroquímico y observación de la colada normalizada Nó 7……………..………………………………………………....87 |
| Figura 2.20. Metalografía de colada normalizada Nó 7…….……………..88 |
| Figura 3.1. Proceso de fundición de muestra normalizada ASTM A560………………………………………………………………………………89 |
| Figura 3.2. Diagrama de fase de la aleación ASTM A560………….…......92 |
| Figura 3.3. Muestra de material fallado por sulfurización, Refinería Estatal de Esmeraldas……………………………………………………..……………93 |

**ÍNDICE DE TABLAS**

**Pág.**

|  |
| --- |
| Tabla 1: Etapas de la fluencia lenta…………………………………………...22 |
| Tabla 2: Nivel de daño de fluencia lenta…………….………………………..28 |
| Tabla 3: Tipos de corrosión en procesos industriales……………………….30 |
| Tabla 4: Composición nominal y comercial de aleaciones usadas en la industria petroquímica……………………………………………………………42 |
| Tabla 5: Datos de cambio de masa in H2- 45%CO2- 1%H2S para selección de aleaciones a 820°C, prueba de duración de 1000 horas…………………43 |
| Tabla 6: Datos de cambio de masa en 2%SO2-5%H2O, para aleaciones seleccionadas a 700°C, 850°c y 1000°C, prueba de duración de 1000 horas………………………………………………………………………………. 45 |
| Tabla7: Tasas de corrosión isotérmica de aleaciones con incremento de níquel y variación de otros elementos en H2- 1.5% H2S, a 730°C, prueba de duración 96 horas………………………...……………………………………....46 |
| Tabla 8: Tasas de corrosión isotérmica de aleaciones con incremento de níquel y variación de otros elementos de cromo en H2- 0.5% H2S a 260°C y 370°C, basado en pruebas de duración de 3000 horas y para H2- 2% H2S a 480°C sobre las 4000 horas…………………………………........…………….47 |
| Tabla 9: Diferencias de composiciones en estándares para aleaciones…50 |
| Tabla 10: Esfuerzo de ruptura, en función de la temperatura………………52 |
| Tabla 11: Especificaciones técnicas de máquina de soldar……………...…60 |
| Tabla 12: Selección de electrodos de carbono………………………………61 |
| Tabla 13: Composición de colada de prueba Nó 2………………………….67 |
| Tabla 14: Composición del patrón de calidad………………………………..68 |
| Tabla 15: Composición de electrodos de níquel usados como materia prima de las coladas normalizadas……………………………………………………79 |
| Tabla 16: Resultados del análisis de la composición de las coladas normalizadas, método de absorción química (AQ) y método óptico por radiación (OR)………………………………………………………………….…85 |

#

# BIBLIOGRAFIA

1. ASM INTERNATIONAL, “Handbook of Comparative World Steel Standards”, DS67A 2nd Edition, John E. Bringas, Editor, 2002.
2. ASM INTERNATIONAL, “Handbook Volumen 9, Metallography and Microstructures”, (1992).
3. ASM INTERNATIONAL, “Heat Resistant Materials”, Edición Especial, Edition J. R. Davis, Editor, (1997)
4. ASM, “Metallurgy, processing and properties of superalloys” Heat Resistant Materials pp 5-69, 219-254, ASM Materials Park Ohio (1997).
5. ATXAGA G, ERAUZKIN E. E IRISARRI A. M. “Análisis microestructural de dos superaleaciones base níquel moldeadas” 1ª Jornada de Metalografía. San Sebastián, Marzo (2000).
6. BOYER E., “Atlas of Creep and Stress Rupture Curves”, ASM International, (1988).
7. DOUGLAS SKOOG AND JAMES LEARY, “Análisis Instrumental”, Cuarta edición Mc Graw Hill, (1994).
8. DURAND-CHARRE MADELEINE, “The microstructure of superalloys”, CRC Press,(1998).
9. FATTORI H. Y GUTTMANN V. “Creep studies of intermetallic alloys” The Materiais Challenge, Norton (1994).
10. IRISARRI A. M. “Cinética del envejecimiento de algunas aleaciones del sistema Ni – Al a temperaturas elevadas” Tesis Doctoral. E. S. Ingenieros Industriales, San Sebastián (1980).
11. VISWANATHAN R. Damage Mechanisms and Life Assessment of High Temperature Components. ASM International. Materials Park Ohio (1989)
12. WILLARD,H.,MERRIT, “Métodos instrumentales de análisis”, Grupo Editorial Iberoamericana, Mexico,(1991).

**APÉNDICES**

Apéndice A: Norma ASTM A-560

Apéndice B: Suplemento de Pruebas Especiales ASTM A-560

Apéndice C: Cartilla Técnica IN-657

Apéndice D: Especificaciones INCOCLAD 671 (INCONEL)

Apéndice E: Especificaciones Máquina de Soldar INFRA

Apéndice F: Especificaciones Fibra Cerámica

Apéndice G: Standard Metals Designations

Apéndice H: Especificaciones Analizador NILTON, XRF, xLi

Apéndice I: Resultados de Análisis Químico EPN

Apéndice J: Refinería Estatal de Esmeraldas, Informe Técnico de material IN-657 (A560). Agosto-2009.

Apéndice K: Refinería Estatal de Esmeraldas, Informe Técnico de material ASTM A560. Febrero-2009.

**Apéndice A: Norma ASTM A-560**

**Apéndice B: Suplemento de Pruebas Especiales ASTM A-560**

**Apéndice C: Cartilla Técnica IN-657**

**Apéndice D: Especificaciones INCOCLAD 671 (INCONEL)**

**Apéndice E: Especificaciones Máquina de Soldar INFRA**

**Apéndice F: Especificaciones Fibra Cerámica**

**Apéndice G: Standard Metals Designations**

**Apéndice H: Especificaciones Analizador NILTON, XRF, xLi**

**Apéndice I: Resultados de Análisis Químico EPN**

**Apéndice J: Refinería Estatal de Esmeraldas, Informe Técnico de material IN-657 (A560). Agosto-2009.**

**Apéndice K: Refinería Estatal de Esmeraldas, Informe Técnico de material ASTM A560. Febrero-2009.**