

**EVALUACIÓN DE LA VIABILIDAD TÉCNICA DE LA IMPLEMENTACIÓN DE UN
REVESTIMIENTO REFRACTARIO DE YESO Y MATERIAL MULLÍTICO PARA
EL PROCESO DE GEMAS PRE-ENGASTADAS CON ESMERALDAS
COLOMBIANAS**

**GABRIEL JOSÉ CABALLERO GARCÍA
LIZETH YADIRA TORRES MARQUEZ**



**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA**

2015

**EVALUACIÓN DE LA VIABILIDAD TÉCNICA DE LA IMPLEMENTACIÓN DE UN
REVESTIMIENTO REFRACTARIO DE YESO Y MATERIAL MULLÍTICO PARA
EL PROCESO DE GEMAS PRE-ENGASTADAS CON ESMERALDAS
COLOMBIANAS**

**GABRIEL JOSÉ CABALLERO GARCÍA
LIZETH YADIRA TORRES MARQUEZ**

**Trabajo de Grado para optar el título de
Ingeniero(a) Metalúrgico(a)**

Director

**ELCY MARÍA CORDOBA TUTA
Ingeniera Metalúrgica, Ph.D**

Co-Director

**CARLINA SOFIA LONDOÑO MONTES
Ingeniera Metalúrgica**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA**

2015

DEDICATORIA

A Dios, porque gracias a él todo esto ha sido posible y he podido llevar a cabo esta etapa tan importante en mi vida tanto personal como profesional y poder llevar un orgullo más a mi familia.

A mi familia, porque son mis pilares en la vida y mi fuerza que hacen que en cada instante de mi carrera hayan sido mi motivación. A mi padre que con su amor y experiencia siempre me ha brindado sus consejos y apoyo. A mi madre que con su ternura y paciencia siempre me ha enseñado el valor del esfuerzo y la perseverancia y a mi hermano que es el futuro de este núcleo familiar.

A mi amor Lizeth Torres, que con su compañía y alegría me ha acompañado en muchos instantes de la vida y me ha demostrado su cariño y su paciencia en los momentos difíciles.

A todos mis compañeros y amigos que estuvieron ahí en momentos de necesidad o sencillamente con una sonrisa o una charla hicieron mejor este proceso.

Gabriel José Caballero García

DEDICATORIA

Primero agradecer a Dios por las bendiciones obtenidas, por siempre ponerme a prueba pero nunca dejarme desamparada, sin él en mi vida nada hubiese sido posible.

A mi madre Blanca Marquez, por ser un apoyo incondicional, una fuente inagotable de fortaleza y dedicación, por ser mi modelo a seguir de mujer y madre, sin tí nada de esto sería posible, gracias y miles de gracias por creer en mí y ayudarme a construir mi futuro.

A mi hermana que siempre ha sido un apoyo, y un motor para ser cada día mejor.

A mi familia, en especial a mis nonos Victoria Parada, Pedro Naranjo, Ismenia Montañez y Ananías Torres, por hacer el papel de padres, y ha contribuido en gran medida a que siempre creyera en mis sueños.

A mi amor Gabriel Caballero, por su apoyo incondicional, y comprensión.

A mis amigos, que muchas veces convirtieron momentos tristes en momentos inolvidables, en especial a Sandra Guerrero.

Lizeth Yadira Torres Marquez

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a la Universidad Industrial de Santander por brindarnos todo el conocimiento adquirido y por habernos formado como ingenieros y como personas.

A COLCIENCIAS y las empresas Oro & Arte Joyeros y Colombian EU, por la financiación del presente Trabajo de Grado a través del proyecto titulado “Innovación del método de gemas pre-engastadas en el proceso de microfundición, para su implementación en la joyería con esmeraldas colombianas” (Código Colciencias: 1102-502-27903, Código UIS: 9418).

Al grupo GIMAT por darnos las facilidades para llevar a cabo nuestro proyecto.

Agradecemos al Laboratorio de Rayos-x y al Laboratorio de Microscopía del Parque Tecnológico Guatiguará por su ayuda en pruebas importantes del proyecto.

A la profesora Elcy María Córdoba Tuta, por su tiempo y la confianza que nos brindó asignándonos como autores de esta investigación.

A la Ingeniera Carlina Londoño, por su ayuda, sus consejos y compartir sus experiencias con el objetivo de mejorar todas nuestras pruebas.

Al Técnico Mario Navarrete por su disponibilidad y colaboración en etapas cruciales del proyecto.

A los técnicos Domingo y Ambrosio por su amabilidad y su ayuda en etapas finales de la tesis.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	18
1. OBJETIVOS	19
1.1. OBJETIVO GENERAL.....	19
1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	19
2. MARCO TEÓRICO	20
2.1. FUNDICIÓN A LA CERA PERDIDA.....	20
2.2. REVESTIMIENTOS REFRACTARIOS USADOS EN MICROFUNDICIÓN.....	21
2.3. LOS REVESTIMIENTOS EN JOYERÍA.....	22
2.4. LA TÉCNICA DEL PRE-ENGASTE.....	23
2.5. LAS ESMERALDAS NATURALES.....	24
2.6. LA MULLITA.....	25
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL	27
3.1. CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA.....	28
3.1.1. Materia prima utilizada.....	28
3.1.2. Análisis granulométrico material mullítico.....	28
3.1.3. Análisis elemental y de fases cristalinas.....	28
3.1.4. Análisis térmico del refractario.....	28
3.2. ELABORACIÓN DE LOS REVESTIMIENTOS.....	29
3.2.1. Tratamiento térmico establecido.....	29
3.2.2. Análisis térmico.....	30
3.2.3. Pruebas para determinar los mejores revestimientos.....	30

3.2.3.1. Tiempo de fraguado.....	30
3.2.3.2. Resistencia a la compresión en frío.....	31
3.2.3.3. Permeabilidad.....	31
3.2.3.4. Resistencia al choque térmico.....	31
3.2.3.5. Composición de los revestimientos.....	32
3.3. CAMBIO EN LA VELOCIDAD DE AGITACIÓN.....	32
3.3.1. Consideraciones generales.....	32
3.3.2. Evaluación de tamaño de poros y fases presentes.....	32
3.4. FUNDICIÓN CON LOS REVESTIMIENTOS ELEGIDOS.....	32
3.4.1. Fundiciones preliminares.....	32
3.4.2. Evaluación del acabado superficial y correcto llenado.....	33
3.4.3. Fundiciones finales.....	33
3.4.4. Fundición a baja temperatura.....	33
3.4.5. Fundición a alta temperatura.....	34
3.4.6. Evaluación de las propiedades de la esmeralda.....	35
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	36
4.1. CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL MULLÍTICO.....	36
4.1.1. Distribución granulométrica.....	36
4.1.2. Análisis elemental y de fases cristalinas.....	36
4.1.3. Análisis térmico.....	38
4.2. ELABORACIÓN DE LOS REVESTIMIENTOS.....	39
4.2.1. Mezclas utilizadas.....	39
4.2.2. Tiempo de fraguado.....	39
4.2.3. Caracterización mineralógica y térmica de los revestimientos.....	42
4.2.4. Resistencia a la compresión en frío y permeabilidad.....	43
4.2.4.1. Granulometría fina del material mullítico.....	44

4.2.4.2. Granulometría gruesa del material mullítico.....	46
4.2.5. Valores de compresión y permeabilidad aceptados.....	47
4.2.6. Resistencia al choque térmico.....	48
4.2.7. Efecto de la velocidad de agitación de las pastas en las características de los revestimientos.....	51
4.2.8. Evaluación de tamaño de poros y fases presentes.....	54
4.2.9. Revestimientos elegidos para la etapa de fundición.....	56
4.3. FUNDICIÓN CON LOS REVESTIMIENTOS ELEGIDOS.....	56
4.3.1. Fundiciones preliminares.....	56
4.3.1.1. Primera fundición.....	57
4.3.1.2. Segunda fundición.....	59
4.3.1.3. Tercera fundición.....	61
4.3.1.4. Cuarta fundición.....	62
4.3.2. Fundiciones finales.....	64
4.3.3. Evaluación de las propiedades de la esmeralda.....	66
5. CONCLUSIONES.....	68
6. RECOMENDACIONES.....	70
CITAS.....	71
BIBLIOGRAFÍA.....	74
ANEXOS.....	76

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Etapas del proceso de microfundición a la cera perdida.....	21
Figura 2. Procedimiento general para la obtención de un revestimiento a partir de una mezcla comercial.....	23
Figura 3. Gemas engastadas en el árbol de cera.....	24
Figura 4. Diagrama de equilibrio de fases del sistema $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$	26
Figura 5. Metodología experimental empleada en la realización del revestimiento refractario de material mullítico y yeso.....	27
Figura 6. Tratamiento térmico aplicado a los revestimientos.....	29
Figura 7. Diagrama de equilibrio de fases Al-Zn.....	34
Figura 8. Diagrama de equilibrio de fases Ag-Cu.....	35
Figura 9. Distribución granulométrica del material mullítico.....	36
Figura 10. Análisis térmico del material mullítico.....	38
Figura 11. Resultados tiempo de fraguado para el pasante a) -200 y b) -140.....	39
Figura 12. Tratamiento térmico del revestimiento M5.....	43
Figura 13. Comparación de resistencia a la compresión en frío (línea continua) con permeabilidad (línea a trazos) vs cantidad de agua por cada 100 g de mezcla del pasante 200.....	44
Figura 14. Comparación de resistencia a la compresión en frío (línea continua) con permeabilidad (línea a trazos) vs cantidad de agua por cada 100 g de mezcla del pasante 140.....	46
Figura 15. Variación de la resistencia a la compresión de los revestimientos por su exposición a cinco ciclos de calentamiento (700°C)-enfriamiento.....	49
Figura 16. Probeta de composición M2 (Izquierda) y composición M3 (Derecha) después de aplicar un ciclo térmico.....	50

Figura 17. Variación de la resistencia a la compresión debido a la velocidad de agitación de los revestimientos.....	52
Figura 18. Valores de resistencia a la compresión de los revestimientos, sometidos a 5 ciclos de choque térmico, con velocidades de agitación de 640 y 1200 rpm.....	53
Figura 19. Variación en la permeabilidad debido al cambio en la velocidad de agitación de las pastas.....	54
Figura 20. Micrografías por SEM de la mezcla M15 a) 640 rpm, b) 1200 rpm: (1) $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$; (2) $CaSO_4$	55
Figura 21. Elementos del árbol de cera usados en las fundiciones preliminares...	57
Figura 22. Resultado obtenido en la primera fundición preliminar.....	58
Figura 23. Revestimiento sometido al metal fundido.....	58
Figura 24. Resultado obtenido en la segunda fundición preliminar.....	59
Figura 25. Reconstrucciones 3D, de las platinas fundidas con el revestimiento M15 a velocidades de agitación de 640 rpm (a) y 1200 rpm (b).....	60
Figura 26. Resultado obtenido en la tercera fundición preliminar.....	61
Figura 27. Agrietamiento del revestimiento antes del vertimiento del metal fundido.....	62
Figura 28. Resultado obtenido en la cuarta fundición preliminar.....	62
Figura 29. Reconstrucciones 3D, de las platinas fundidas con el revestimiento M3 (a) y M5 (b) a una velocidad de agitación de 1200 rpm.....	63
Figura 30. Resultado obtenido en la primera fundición final.....	64
Figura 31. Resultado obtenido en la segunda fundición final.....	65
Figura 32. Fotografías de las esmeraldas antes (a-d) y después (e-h) del proceso de microfundición con el pre-engaste de las gemas.....	66

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Fluorescencia de Rayos X del material mullítico.....	37
Tabla 2. Análisis cuantitativo por difracción de Rayos X del material mullítico.....	37
Tabla 3. Composiciones descartadas -200 mallas (material mullítico).....	40
Tabla 4. Composiciones descartadas -140 mallas (material mullítico).....	41
Tabla 5. Composiciones con granulometría -200 mallas del material mullítico.....	41
Tabla 6. Composiciones con granulometría -140 mallas del material mullítico.....	41
Tabla 7. Composiciones de las mezclas que cumplieron los criterios de aceptación de resistencia a la compresión y permeabilidad.....	42
Tabla 8. Composición de las mezclas que cumplen los criterios de aceptación de resistencia al choque térmico.....	48
Tabla 9. Fases presentes, antes y después del tratamiento térmico para la composición de la mezcla M15.....	51
Tabla 10. Características de las composiciones escogidas.....	56

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. Ficha de datos técnicos del material mullítico empleado en la investigación.....	76
ANEXO B. Imágenes de los equipos utilizados durante la investigación.....	77
ANEXO C. Difractograma del material mullítico utilizado como materia prima en esta investigación proyecto.....	78
ANEXO D. Análisis por EDS del revestimiento M15 a una velocidad de agitación de 640 rpm y 1200 rpm.....	79
ANEXO E. Cotización del material mullítico utilizado en la investigación.....	80

RESUMEN

TITULO: EVALUACIÓN DE LA VIABILIDAD TÉCNICA DE LA IMPLEMENTACIÓN DE UN REVESTIMIENTO REFRACTARIO DE YESO Y MATERIAL MULLÍTICO PARA EL PROCESO DE GEMAS PRE-ENGASTADAS CON ESMERALDAS COLOMBIANAS.*

AUTORES: CABALLERO GARCÍA, Gabriel José; TORRES MARQUEZ, Lizeth Yadira. **

PALABRAS CLAVES: Microfundición, Esmeraldas, Pre-engaste.

DESCRIPCIÓN: El presente trabajo de investigación tuvo como objetivo el estudio de la viabilidad técnica de la implementación de un revestimiento refractario de yeso y material mullítico para el proceso de gemas pre-engastadas con esmeraldas colombianas. Inicialmente se estableció la relación refractario-yeso y agua-polvo con propiedades similares a la comercial, utilizando material mullítico bajo dos condiciones diferentes de granulometría (-140 y -200 mallas) y yeso tipo III como el material aglomerante.

Se realizaron pruebas de Tiempo de fraguado según la norma ASTM C472-99, resistencia a la compresión en frío según la norma ASTM C133-97, resistencia al choque térmico según la norma ASTM C1171-05 y Permeabilidad, adicionalmente se evaluó el efecto de la velocidad de agitación de las pastas en las propiedades antes mencionadas aumentando de 640 rpm a 1200 rpm. Posteriormente se seleccionaron las mezclas con mejores propiedades para realizar fundiciones preliminares sin esmeraldas utilizando la técnica de cera perdida, con el fin de evaluar el acabado superficial y llenado de las piezas. Para tal fin cada árbol en cera estaba compuesto por dos anillos, uno de forma simple y otro de forma compleja, y una platina.

Mediante el análisis de las fundiciones preliminares se escogió el revestimiento con el cual se obtuvo un acabado superficial y copiado aceptable de las piezas, para fundir con esmeraldas pre-engastadas utilizando la técnica de cera perdida, en la cual cada árbol en cera contenía dos anillos uno con esmeralda con recubrimiento de zirconita y otro sin recubrir efectuando coladas a bajo y alto punto de fusión, de lo cual se puede concluir que la mezcla de material mullítico y yeso, es un material apto para el proceso de pre engaste con esmeraldas colombianas, y la diferencia entre las esmeraldas recubiertas y sin recubrir no es significativa en estado final de las mismas.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, Directora. PhD. Elcy María Córdoba Tuta. Codirectora. Ing. Carlina Sofía Londoño Montes

ABSTRACT

TITLE: TECHNICAL FEASIBILITY ASSESSMENT OF THE IMPLEMENTATION OF A GYPSUM AND MULLITE-BASED MATERIAL REFRACTORY COATING, TOWARDS THE PROCESS OF PRE-CRIMPED GEMS WITH COLOMBIAN EMERALDS*

AUTHORS: CABALLERO GARCÍA, Gabriel José; TORRES MARQUEZ, Lizeth Yadira. **

KEY WORDS: Micro-melting, Emeralds, Pre-crimping.

DESCRIPTION: The present capstone project aimed to study of the technical feasibility of the implementation of a gypsum and mullite-based material refractory coating. Towards the process of pre-crimped gems with Colombian emeralds. At the beginning, there was established the refractory-gypsum and water-dust ratio with similar properties for commercial mixture, using mullite-based material under two different granulometry conditions (-140 and -200 sieves) and type III gypsum as binder material.

There were carried out, setting time tests according to the ASTM C472-99 standard, in-cold compressive strength according to the ASMTM C133-97 standard, thermal shock resistance according to the ASTM C1171-05 standard and permeability, additionally there was assessed the effect of shaking speed of the mixture in the properties mentioned above increasing from 640 rpm to 1200 rpm. Later there were selected the mixtures with the best properties in order to perform preliminary melting without emeralds using the lost wax technique, to evaluate the superficial finish and the pieces fill. For this purpose, each wax tree was compound by two rings, one with a simple shape and other with a complex shape, and a platen.

By means of the analysis of the preliminary melting, there was selected the coating with which it was obtained the superficial finish, and an acceptable replica of the pieces. To melt with pre-crimped emeralds using the lost wax technique; in which each wax tree contained two rings, one with a zirconite coated emerald and other without coating, making washes at high and low melting point. Whereof we can conclude that the mixture of mullite-base material and gypsum is a suitable material for the pre-crimping process for Colombian emeralds, also the difference between the coated emeralds and non-coated emeralds is not significant in the final condition of the emerald.

* Capstone Project

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, Directora. PhD. Elcy María Córdoba Tuta. Co-director. Eng. Carlina Sofía Londoño Montes

INTRODUCCIÓN

El proceso de fundición a la cera perdida provee gran cantidad de piezas a la industria, con una excelente terminación superficial, estrechas tolerancias dimensionales y formas bastante complejas, como en el caso de la joyería, donde no solo se busca perfeccionar las cualidades estéticas exigentes, sino que también, una forma más sencilla de fabricar dichas piezas. Un ejemplo de ello, es el método de pre-engaste con gemas, el cual, reduce el tiempo, los costos y además facilita el engaste a comparación del método de engaste tradicional, y así obtener un producto semiterminado después del proceso de fundición [1,2].

Actualmente este método se limita a gemas resistentes a altas temperaturas como el caso del diamante, el rubí, el zafiro y muchas gemas sintéticas, las cuales soportan tanto las temperaturas del tratamiento térmico del revestimiento (620°C), como las de colada de las aleaciones preciosas (1000°C) [3]. Normalmente la temperatura de colada del metal es 100°C superior a la de su fusión, lo cual disminuye la viscosidad del metal y facilita el llenado del molde refractario que se caracteriza por su baja porosidad, para asegurar un buen copiado del metal.

Por su parte, la baja resistencia de las esmeraldas a las altas temperaturas ha impedido su implementación en el método de pre-engaste, lo cual implica disminuir tanto las temperaturas del tratamiento térmico del revestimiento como las temperaturas de colada del metal, esto conlleva a un aumento en la viscosidad del metal y un revestimiento de mayor permeabilidad que además posea propiedades tales como capacidad alta de copiado y resistencia mecánica apropiada, entre otras que lo hagan apto para el proceso de fundición a la cera perdida. Por lo tanto, el propósito del presente trabajo es evaluar la viabilidad técnica de la implementación de un revestimiento de yeso y material mullítico para el método de gemas pre-engastadas con esmeraldas colombianas.

1. OBJETIVOS

1.1. Objetivo general

Evaluar la viabilidad técnica de la implementación de un revestimiento refractario de yeso y material mullítico para el proceso de gemas pre-engastadas con esmeraldas colombianas.

1.2. Objetivos específicos

- ✓ Desarrollar revestimientos a partir de yeso y material mullítico bajo diferentes condiciones de granulometría, relación refractario/aglomerante y velocidad de agitación de la pasta.
- ✓ Determinar el efecto de las variables de estudio en las características físicas, mecánicas y térmicas del revestimiento.
- ✓ Evaluar el comportamiento del revestimiento desarrollado en el proceso de microfundición aplicado a la técnica de pre-engaste con esmeraldas colombianas.

2. MARCO TEÓRICO

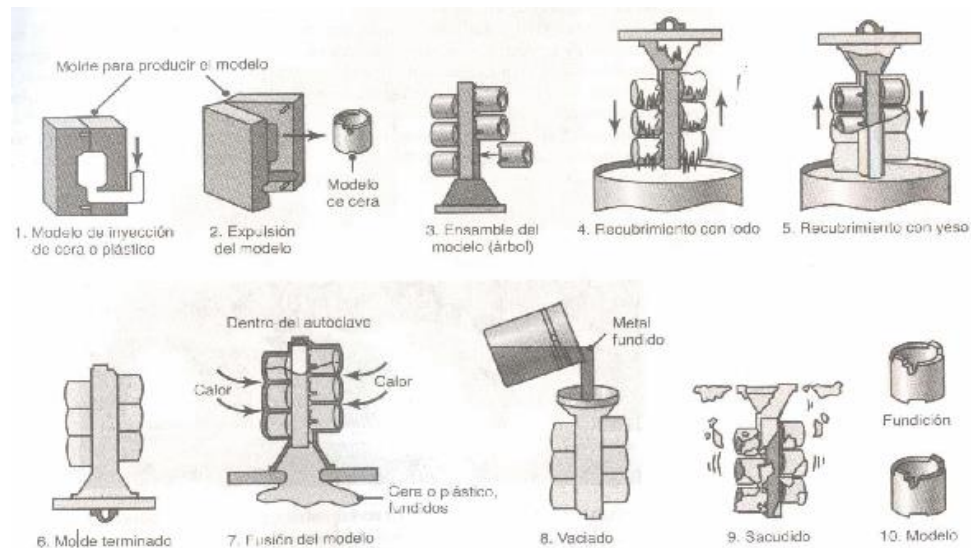
2.1. FUNDICIÓN A LA CERA PERDIDA

La fundición a la cera perdida es el método más apropiado para fundir piezas pequeñas y de gran precisión con acabados de alta calidad [5]. Este proceso tiene una antigüedad de miles de años, entre sus principales características se destacan la calidad superficial y dimensional de las piezas obtenidas [5]. En su esencia básica, el proceso consiste en la fabricación de un modelo de cera u otro material apropiado, seguidamente se construye un molde alrededor del modelo y entonces se funde la cera que deja un molde cuya cavidad es una duplicación exacta del modelo original. La fundición a la cera perdida es un técnica o proceso que se emplea para obtener piezas de configuraciones complicadas con un espesor de pared de hasta 0.5 mm de aleación de acero, hierro y metales no ferrosos, esta tecnología es muy empleada en joyería, fundición artística y otras, ya que en una serie de casos elimina el labrado por corte [5].

En la Figura 1 se esquematizan las etapas del proceso de fundición a la cera perdida. Se observa que para las etapas 1 y 2, el molde con la forma de la pieza a ejecutar se rellena con cera líquida, al endurecerse la cera se tiene una reproducción en este material del modelo primitivo. En la etapa 3 al modelo en cera se le agregan canales de llenado necesarios para poder lograr el llenado del molde con el metal fundido. Se adhieren varios modelos de cera en un “árbol” para facilitar la fundición de varias piezas a la vez. En las etapas 4, 5 y 6 se procede a la inmersión de todo el conjunto en un baño cerámico que posteriormente formará el molde final. En el paso 7 se quema la cera al introducir el molde refractario en un horno a una temperatura superior a la temperatura de fusión de la cera, asegurándose de eliminar por completo hasta el menor vestigio de esta, y por último cuando la cera está totalmente eliminada, se procede a vaciar en el molde el metal fundido, este entra por los bebederos y se esparce por los canales de colada de tal

forma que cubre la cavidad del molde donde se encontraba la cera. Luego que el metal se enfría, se destruye el molde, quedando al descubierto la pieza y todo el entramado de arterias que ahora son de metal, las cuales serán suprimidas [6].

Figura 1. Etapas del proceso de microfundición a la cera perdida



Fuente: Julio Garavito. Curso de procesos de manufactura [6]

Una etapa crucial en este proceso consiste en revestir el modelo de cera, con varias capas constituidas por una mezcla de elementos cerámicos refractarios y un aglomerante. El aglomerante reacciona químicamente durante el secado para formar una red que sostiene el material cerámico. Posteriormente el modelo es removido y la cerámica calcinada para formar una estructura rígida en donde se vierte el metal fundido, conformando así una réplica exacta del modelo original [1].

2.2. REVESTIMIENTOS REFRACTARIOS USADOS EN MICROFUNDICIÓN

En general, un revestimiento es una mezcla de tres diferentes tipos de materiales: un material refractario usualmente dióxido de silicio en forma de cuarzo, tridimita, cristobalita o una mezcla de ellos. Un aglomerante que comúnmente se usa para aleaciones de oro, es el sulfato de calcio hemihidratado alfa, fosfatos y silicato de

etilo y como tercer elemento, químicos tales como: Cloruro de sodio, ácido bórico, entre otros [4].

Los revestimientos se clasifican según su aglomerante: aglomerados con yeso (Tipo I, II, y III), aglomerados con fosfatos y aglomerados con silicato de etilo [4].

Revestimientos aglomerados con yeso. La especificación de la ADA No. 2 para revestimientos usados en odontología con aleaciones de oro incluye tres tipos [4]:

Tipo I: Estos revestimientos son empleados para elaborar incrustaciones o coronas cuando la contracción de la aleación es compensada principalmente por la expansión térmica del revestimiento. Tipo II: Empleados también para incrustaciones o coronas pero el principal modo de compensación de la contracción de la aleación es por la expansión higroscópica del revestimiento. Tipo III: Usado en la fabricación de dentaduras parciales con aleaciones de oro [4].

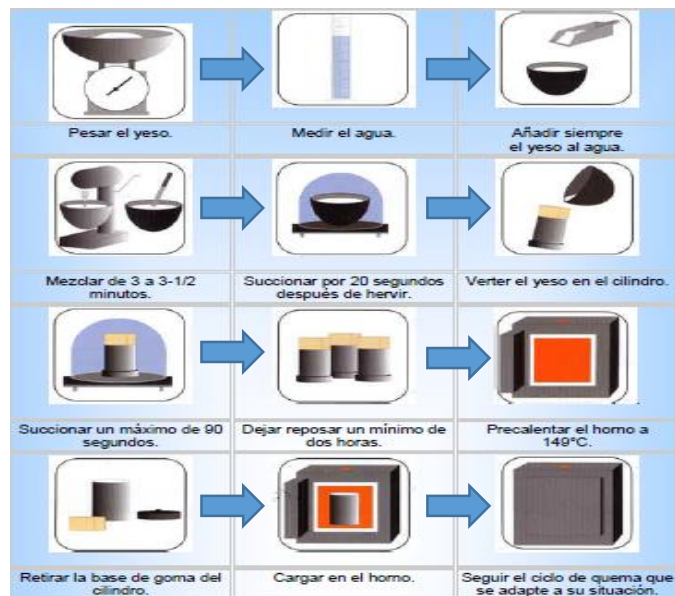
2.3. LOS REVESTIMIENTOS EN JOYERÍA

El método tradicional de microfundición de joyería utiliza mezclas cerámicas compuestas por yeso, cristobalita- α y cuarzo- α , las cuales confieren a los revestimientos una excelente capacidad de copiar los detalles de los modelos de cera y la refractariedad necesaria para el proceso, dada la finura y forma acicular de los granos de yeso y la resistencia a elevadas temperaturas del cuarzo y la cristobalita. No obstante, tales moldes se caracterizan por su baja permeabilidad, lo que obliga a realizar la colada del metal a temperaturas elevadas para favorecer el llenado del molde y la evacuación de los gases. De esta forma, se limita la aplicación de esta técnica al método de gemas pre engastadas, dado el deterioro que estas pueden sufrir al exponerse a temperaturas elevadas.

En la Figura 2 se observan los pasos principales para usar debidamente el revestimiento y obtener los mejores resultados, desde el pesaje y la forma como

debe mezclarse los materiales junto con el agua, el vacío para eliminar todo el aire atrapado debido a la etapa de mezclado hasta el tratamiento térmico que dependerá del material que se esté utilizando.

Figura 2. Procedimiento general para la obtención de revestimientos a partir de una mezcla comercial



Fuente: Tecnología e insumos compañía Ltda. Satín Cast diamante [7]

2.4. LA TÉCNICA DEL PRE-ENGASTE

El engaste en cera es un proceso en el cual las piedras se colocan en el molde de cera para luego pasar al proceso de fundición, siguiendo algunos pasos previos según parámetros específicos [8].

En la Figura 3 se observa como las piedras son colocadas directamente en la cera para luego ser sometidas al proceso de calentamiento en el horno para el posterior colado del metal y así obtener una pieza terminada con piedras engastadas.[8]

Figura 3. Gemas engastadas en el árbol de cera



Fuente: Jett Industries. Casting Metal Directly onto Stones [8]

El diamante, rubí, zafiro, granate y la mayoría de las gemas sintéticas pueden ser engastadas por este método, sin embargo muchas gemas valiosas no deben ser utilizadas porque el riesgo de daño de la misma puede sobrepasar el ahorro en costos del proceso. Dentro de las gemas que se incluyen como inadecuadas para el proceso está la esmeralda debido a su baja tolerancia a las altas temperaturas y a cambios bruscos de la misma [8, 9, 10].

2.5. LAS ESMERALDAS NATURALES

La esmeralda es un silicato de clase mineral, categorizada como un berilo ($Be_3Al_2(SiO_2)_6$) es clara en su forma más pura, pero a menudo contiene impurezas las cuales provienen de un mineral que varía en su coloración. Las esmeraldas son solo una pequeña fracción de esta clase. [11]

Una particularidad de esta gema, es que se forma a partir de una roca metamórfica, a diferencia de otros berilos que crecen en pegmatitas. La transformación metamórfica generalmente limita el tamaño de la formación de la esmeralda cristalina, haciéndola aún más rara en tamaños grandes. Las Esmeraldas deben su color a tres agentes: óxido de hierro y de vanadio (para la mayoría de esmeraldas del mundo, los cuales resultan en un verde opaco) y óxido de cromo, el cual resulta

en un exquisito verde brillante como ningún otro. Este es el caso de las Esmeraldas Colombianas, razón por la cual gozan de tanto prestigio y son consideradas las mejores del mundo. [11,12].

Es difícil encontrar esmeraldas sin fisuras, además son malas conductoras del calor, por lo que son susceptibles a romperse por el choque térmico. Teniendo en cuenta que las esmeraldas se forman en depósitos de pegmatita o venas hidrotermales de ambientes metamórficos, donde las temperaturas oscilan entre 398 a 498 °C y presiones que ascienden a 1 – 3 KBar, al ser sometidas a estas mismas temperaturas o superiores, pueden presentar cambios en su estructura que dan lugar a la pérdida de propiedades valiosas.

2.6. LA MULLITA

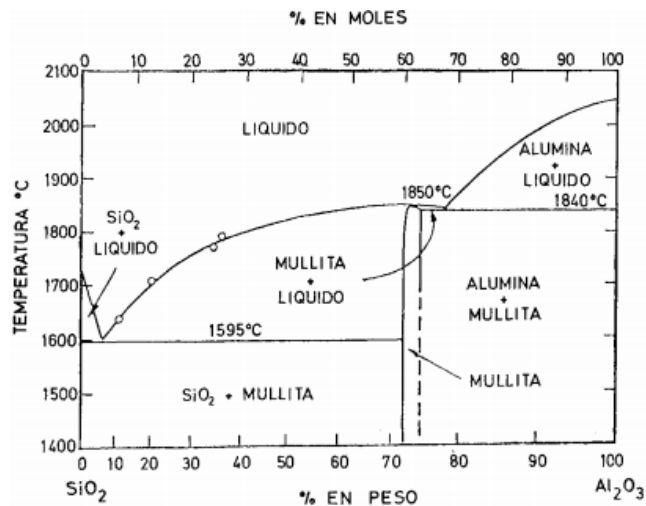
La mullita es un aluminosilicato encontrado muy rara vez en forma natural en la naturaleza, su nombre se debe a la isla Mull, en Escocia donde se encuentra en forma natural. La mullita solo se puede obtener a condiciones muy especiales de presión y temperatura. Se considera parte del grupo de la silimanita (Al_2SiO_5), siendo la única fase estable a altas temperaturas y 1 atmósfera de presión del sistema sílice-alúmina [13, 14].

Bowen y Greig fueron los primeros en demostrar que en el sistema alúmina-sílice a temperaturas suficientemente altas y presión normal, se forma el compuesto químico $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ o $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$. Según sus observaciones, la mullita se funde incongruentemente (con disgregación) a 1810°C [14].

Posteriormente Toropov y Galajv demostraron que la mullita, bajo presión normal, se funde congruentemente sin disgregarse. La idea acerca de la fusión congruente de los monocristales en la mullita fue, asimismo, expresada por Barta R. y Barta I. [14].

De la Figura 4, a partir de los resultados experimentales obtenidos, determinan que la mullita funde congruentemente a 1850°C y presenta un eutéctico con la alúmina a 1840 ° C y 78% en peso de Al₂O₃. Igualmente determinan que la mullita presenta un rango de solución sólida desde 71,8 al 74,3% en peso de Al₂O₃ [15].

Figura 4. Diagrama de equilibrio de fases del sistema SiO₂-Al₂O₃



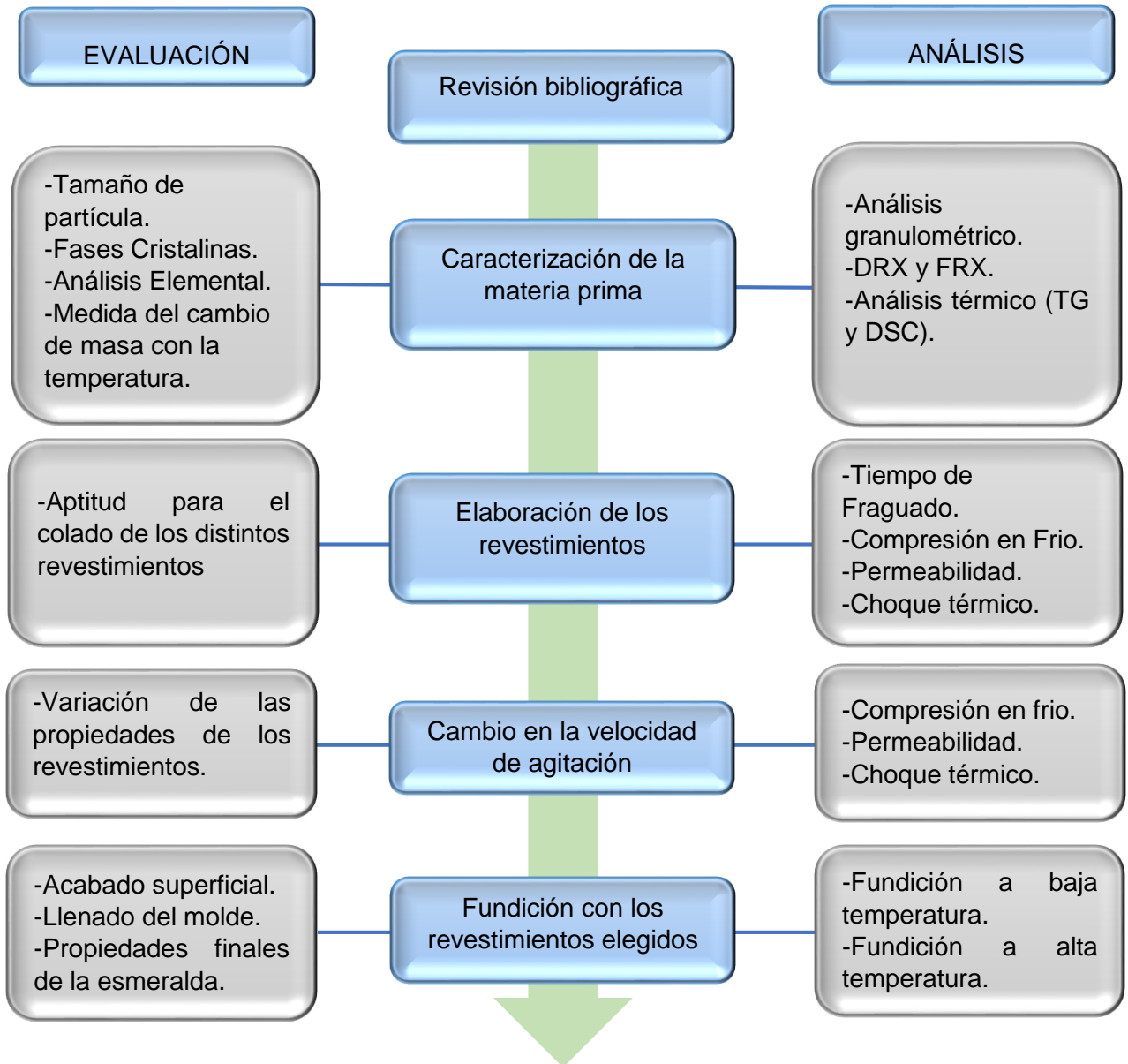
Fuente: Juliana Anggono. Mullite ceramics: its properties, structure, and synthesis [14]

La mullita confiere interesantes propiedades a los productos que la contienen, tales como: estabilidad química, resistencia mecánica, baja dilatación a altas temperaturas, resistencia al choque térmico que se atribuye a la forma de agujas entrecruzadas que adopta la mullita, resistencia a la abrasión mecánica y a la erosión por la llama, resistencia al ataque de las escorias y metales fundidos y a la acción corrosiva de los gases [13]. Durante la última década, el real potencial del empleo de la mullita incluye su uso como matriz para el desarrollo de compuestos de alta temperatura y recubrimientos protectores [16].

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

El procedimiento experimental se desarrolló de acuerdo al esquema que se muestra a continuación (Figura 5):

Figura 5: Metodología experimental empleada en la realización del revestimiento refractario de material mullítico y yeso.



3.1. CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA

3.1.1. Materia prima utilizada. Para llevar a cabo la obtención de los revestimientos de esta investigación, se utilizaron dos clases de materiales: como base principal un refractario mullítico adquirido de la empresa ERECOS S.A. y como aglomerante un yeso tipo III alfa (ANEXO A)

3.1.2. Análisis granulométrico material mullítico. En esta etapa se determinó el tamaño de partícula según la norma ASTM-C136. Se tomó una muestra representativa de 200 g por medio de la técnica de rifles y posteriormente se llevó a una serie de tamices Tyler: No. 60, 80, 100, 140, 170 y 200. El tiempo de tamizaje fue de 2 minutos por tamiz y luego se tomaron los respectivos pesos de cada malla para hacer los debidos cálculos.

3.1.3. Análisis elemental y de fases cristalinas. Para conocer la composición elemental del material mullítico, se implementó la técnica de fluorescencia de Rayos X por medio del método QUANT-EXPRESS en un espectrómetro secuencial de longitud de onda dispersiva de 4KW marca BRUKER modelo S8 TIGER. Por otro lado se determinaron las fases cristalinas mediante Difracción de Rayos X (DRX), a través de un difractor de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con geometría DaVinci con el fin de evaluar la pureza del material mullítico.

3.1.4. Análisis térmico del refractario. Para establecer el tratamiento térmico al que se someterían los revestimientos se realizó un análisis térmico con un equipo marca SETSYS EVOLUTION 16/18 de la empresa SETARAM INSTRUMENTATION a una temperatura máxima de 1000°C y una rata de calentamiento de 3°C/min, obteniendo así la curva termogravimétrica y análisis de calorimetría diferencial de barrido del material refractario.

3.2. ELABORACIÓN DE LOS REVESTIMIENTOS

3.2.1. Tratamiento térmico establecido. Para todos los revestimientos se implementaron dos rampas de calentamiento de $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$, la primera rampa hasta alcanzar los 150°C con un sostenimiento de 3 horas y la segunda rampa hasta los 350°C con un sostenimiento de 4 horas (Figura 6).

Figura 6. Tratamiento térmico aplicado a los revestimientos.



Las rampas de calentamiento utilizadas en joyería varían de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ por tal motivo, se tomó un valor intermedio de $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$. El primer sostenimiento a 150°C durante tres horas buscó garantizar la eliminación total de la humedad contenida en el revestimiento, mientras que el segundo sostenimiento a 350°C por cuatro horas es debido a que a esta temperatura debe someterse la esmeralda como máximo para no afectar sus propiedades ópticas, por ende, el revestimiento se expuso a esta condición para evaluar en pruebas posteriores si experimentaba algún cambio en sus propiedades.

3.2.2. Análisis térmico. Para evaluar las pérdidas de masa y las posibles reacciones que ocurriesen, se realizó esta prueba con un equipo marca SETSYS EVOLUTION 16/18 de la empresa SETARAM INSTRUMENTATION a una temperatura máxima de 600°C y una tasa de calentamiento de 3°C/min, obteniendo así la curva termogravimétrica y análisis de calorimetría diferencial del revestimiento escogido para la fundición final.

3.2.3. Pruebas para determinar los mejores revestimientos. En esta parte del proyecto se obtuvieron diferentes revestimientos a partir de diversas mezclas de yeso, material mullítico y agua. Las variables de estudio fueron granulometría del refractario (material mullítico): 100% -140 mallas y 100% -200 mallas, relación refractario/yeso: 70/30, 75/25 y 80/20 y relación agua/polvo: 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65 y 70 mL de agua/100 g de polvo. Para llegar a los mejores revestimientos y realizar las coladas respectivas, se realizaron las siguientes pruebas: Tiempo de fraguado, Resistencia a la compresión en frío, Permeabilidad y Resistencia al Choque Térmico, con el fin de evaluar las principales características que deben cumplir estos revestimientos para el uso en joyería.

3.2.3.1. Tiempo de fraguado. En esta etapa se midió el tiempo que emplearon las pastas en pasar del estado líquido al sólido de acuerdo a la norma ASTM C472-99. Se preparó cada revestimiento y se vertió en un molde troncocónico dejándose reposar la mezcla un tiempo de 15 minutos, para realizar la primera medida con la aguja Vicat y luego a intervalos de 5 minutos hasta que la aguja dejó de tocar la placa de vidrio al hacer la medición, y así establecer el inicio del fraguado. Posteriormente, se realizaron medidas hasta determinar el primer instante en el cual la aguja ingresó en el molde un máximo de 2 mm, y se registró como el tiempo de fraguado final. (Ver ANEXO B).

Como rango de aceptación se determinó que aquellos revestimientos que finalizaron su fraguado en menos de 4 horas, se implementarían para pruebas posteriores y los demás se descartarían.

3.2.3.2. Resistencia a la compresión en frío. En esta etapa se determinó la resistencia en frío de los revestimientos según la norma ASTM C133-97. Se elaboraron 5 probetas cilíndricas por composición, de 2 pulgadas de diámetro por 2 pulgadas de altura y se ensayaron en una máquina universal para arenas de moldeo marca DIETER DETROIT No. 400 (Low Range) (Ver Anexo B).

3.2.3.3. Permeabilidad. Para la realización de las pruebas de permeabilidad se elaboraron 5 probetas cilíndricas por composición, de 2 pulgadas de diámetro por 2 pulgadas de altura utilizando un permeámetro eléctrico NO. 338-B marca DIETER DETROIT graduado en unidades AFS (Ver Anexo B).

3.2.3.4. Resistencia al Choque térmico. Se realizó la misma cantidad de probetas y con las mismas dimensiones antes mencionadas, atendiendo a la norma ASTM C1171-05 y se sometieron a 5 ciclos térmicos cada una, cada ciclo tuvo una duración total de 24 minutos, sometiendo la probeta a una temperatura de 700°C durante 12 minutos, para luego sacarla del horno y dejarla expuesta al aire ambiental durante otros 12 minutos. Luego de los 5 ciclos de calentamiento-enfriamiento se procedió a medir la resistencia a la compresión en la máquina universal de ensayos DIETER DETROIT y se estableció la pérdida de resistencia debido al choque térmico.

Cabe aclarar que las pruebas anteriores (exceptuando tiempo de fraguado) se realizaron con los revestimientos obtenidos después del tratamiento térmico respectivo. Algunas pruebas de compresión se realizaron en la máquina universal de ensayos ubicada en Ingeniería Civil, debido a que la resistencia de algunas probetas era superior al rango de medida de la máquina DIETER DETROIT (94 Psi).

3.2.3.5. Composición de los revestimientos. Con el fin de evaluar la composición de los revestimientos antes y después del tratamiento térmico, se implementó la técnica de Difracción de Rayos X, a través de un difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con geometría DaVinci para así comparar el posible cambio de alguna fase o fases debido al tratamiento térmico (Ver Figura 6).

3.3. CAMBIO EN LA VELOCIDAD DE AGITACIÓN

3.3.1. Consideraciones generales. En las pruebas realizadas para los revestimientos se mantuvo una velocidad constante de agitación de 640 rpm, sin embargo, para observar la influencia de esta variable se repitieron las pruebas anteriores a aquellos revestimientos que presentaron mejores propiedades atendiendo a los criterios de aceptación mencionados posteriormente, mezclando a 1200 rpm con un agitador marca IKA RW 20 digital durante 30 segundos. Con el aumento de la velocidad de agitación se buscaba aumentar la generación de porosidad en el revestimiento y favorecer la eliminación de gases y el llenado del molde con el metal durante la etapa de colado.

3.3.2. Evaluación de tamaño de poros y fases presentes. Para obtener una medida de los poros en los revestimientos se implementó la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), para comparar el efecto de la velocidad de agitación. Así mismo se realizó análisis por Espectrometría de dispersión de energía de Rayos X (EDS) (Ver Anexo D), a través del microscopio marca QUANTA FEG 650 y JSM 7600f para identificar diferentes fases en los revestimientos.

3.4. FUNDICIÓN CON LOS REVESTIMIENTOS ELEGIDOS

3.4.1. Fundiciones preliminares. Se realizaron cuatro coladas sin esmeralda para evaluar el correcto llenado del molde, el acabado superficial y la calidad del copiado

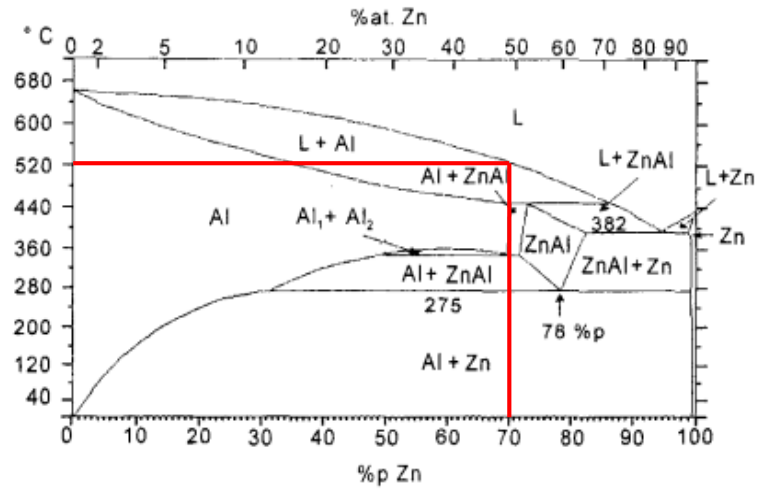
de detalles de los revestimientos que presentaron mejores propiedades, para lo cual se implementó una aleación ligera de 30% aluminio y 70% de Zinc fundida a una temperatura de 620°C, utilizando un árbol de cera con tres elementos: dos anillos (uno con forma simple y otra más compleja) y una platina con el objetivo de evaluar el acabado superficial.

3.4.2. Evaluación del acabado superficial y correcto llenado. Para establecer diferencias al usar cada revestimiento, se evaluó la platina obtenida en cada árbol después de la fundición, por medio de microscopía óptica con un equipo marca HIROX KH-7700, con el cual se obtuvo la reconstrucción de la superficie en tres dimensiones. Seguidamente se obtuvieron evidencias fotográficas de los anillos en cada árbol para comparar el correcto llenado de las piezas y su grado de copiado de los detalles, tanto para el anillo con forma sencilla, como para el anillo con forma compleja.

3.4.3. Fundiciones finales. Teniendo en cuenta la calidad superficial de las piezas fundidas previamente, se escogió el mejor revestimiento para realizar dos fundiciones implementando el método de pre-engaste con las esmeraldas: la primera con la aleación ligera de 30% Aluminio y 70% Zinc colada a 620°C y la segunda con una aleación de 50% Plata y 50% Cobre colada a 970°C. En cada colada se utilizó un árbol de cera con dos anillos, uno con la esmeralda descubierta y el otro con la esmeralda recubierta con zirconita.

3.4.4. Fundición a baja temperatura. Para implementar este tipo de fundición se utilizó una aleación de 30% Al y 70% Zn la cual se ubicó en el diagrama de fases de la Figura 7 para establecer la temperatura apropiada de colado.

Figura 7. Diagrama de equilibrio de fases Al-Zn

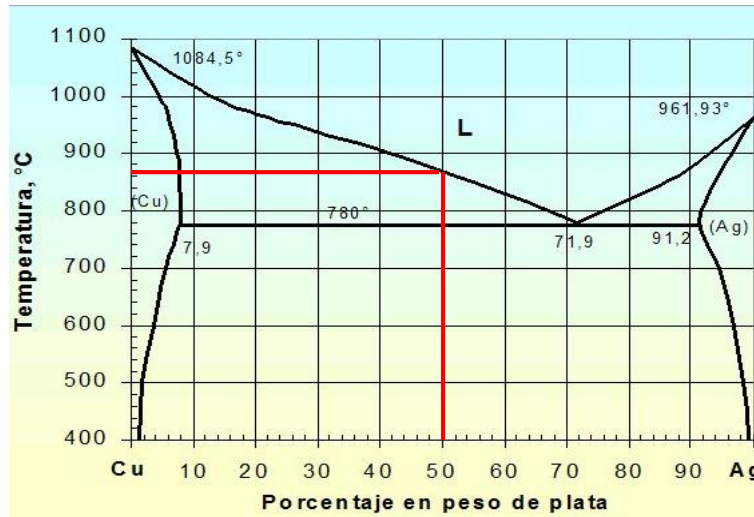


Fuente: Universidad Autónoma Metropolitana–Azcapotzalco. Influencia del cobre en la transformación de fase de la aleación Zn - 22 % p Al, durante la homogenización [17]

El punto de fusión de esta aleación es de aproximadamente 520 °C por lo que, para el procedimiento de colada se debe realizar 100°C por encima del punto de fusión, es decir, el vertimiento del metal se realizó a 620°C aproximadamente.

3.4.5. Fundición a alta temperatura. Para implementar este tipo de fundición se utilizó una aleación de 50% Ag y 50% Cu la cual se ubicó en el diagrama de fases de la Figura 8 para establecer la temperatura apropiada de colado. El objetivo de lo anterior es utilizar una aleación comercialmente más aceptable que la aleación utilizada a baja temperatura, y con temperatura de colada similar a la de las aleaciones de oro.

Figura 8. Diagrama de equilibrio de fases Ag-Cu.



Fuente: DIAGRAMA DE EQUILIBRIO EN EL ENTORNO DE LA TRANSFORMACIÓN EUTÉCTICA [18]

El punto de fusión de esta aleación es de aproximadamente 870 °C con lo cual para el procedimiento de colada se debe realizar 100°C por encima del punto de fusión, es decir, el vertimiento del metal se realizó a 970°C aproximadamente.

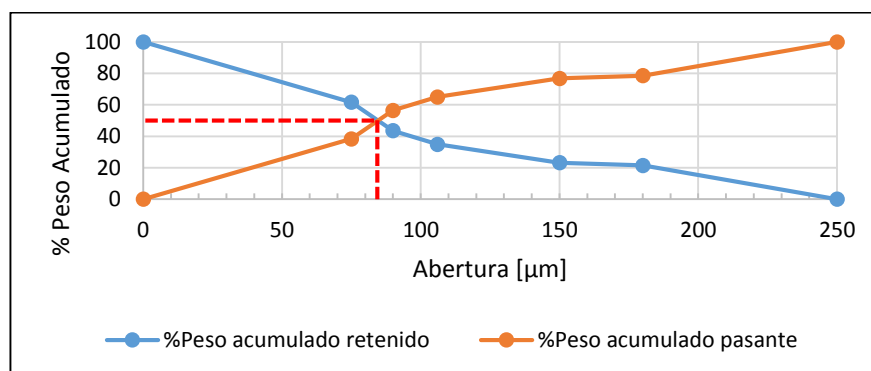
3.4.6. Evaluación de las propiedades de la esmeralda. En este paso se evaluaron los defectos e inclusiones así como las propiedades ópticas de la gema antes y después de ser sometida al proceso de fundición, esto se realizó por medio de inspección visual y microscopía óptica con un equipo HIROX KH-7700, para determinar la integridad de la esmeralda o si la gema presentó algún daño después del proceso y también para comprobar la viabilidad de la técnica de pre-engaste con este tipo de revestimiento.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1. CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL MULLÍTICO

4.1.1. Distribución granulométrica. En la Figura 9 se presenta el análisis granulométrico del material mullítico. Se observa que el material es muy fino, siendo su tamaño medio de partícula (D50) de 83 μm y el tamaño máximo (100% pasante) de 250 μm , por lo tanto, no fue necesario realizar una molienda del material para obtener el pasante requerido en el tamizaje.

Figura 9. Distribución granulométrica del material mullítico.



Para elaborar los revestimientos se utilizaron dos granulometrías diferentes del material mullítico, -140 mallas y -200 mallas que corresponden a un tamaño de abertura de 106 μm y 75 μm respectivamente.

4.1.2. Análisis elemental y de fases cristalinas: La composición química del material mullítico (Ver Tabla 1), obtenida por la técnica de fluorescencia de Rayos X muestra que los principales elementos son el aluminio (Al) con una concentración de 24,22% que corresponde a 45,76% Al_2O_3 y el silicio (Si) con una concentración de 23,13% que corresponde a 49,49% SiO_2 .

Tabla 1. Fluorescencia de Rayos X del material mullítico

Elemento	Al	Si	Ti	Fe	K	Ca	Ba	Zr
Concentración [%]	24,22	23,13	1,46	0,92	0,19	0,10	0,06	0,06
Elemento	Mg	Cr	Cu	Zn	P	Mn	Ni	Ga
Concentración [%]	0,06	0,04	0,02	0,02	0,01	96 ppm	78 ppm	73 ppm
Elemento	Pb	Sr	Nb	Y	Rb	Balance (C,H,O)		
Concentración [%]	51 ppm	31 ppm	24 ppm	8 ppm	7 ppm	---		

Como principales impurezas se observa que existe un 1,46% de Ti y casi un 1% de Fe; mientras que los demás elementos minoritarios (K, Ca, etc.) no superan el 0,6%. Por su parte el análisis por difracción de Rayos X (DRX) (Ver Tabla 2) de esta materia prima, indica que la principal fase cristalina es mullita (43%) acompañada de sílice en tres estados polimórficos (Cuarzo, Cristobalita Baja y Cristobalita Alta). El análisis también indica la presencia de un alto contenido de material amorfo (42,7%), producto del proceso de “quemado” de la arcilla original.

Tabla 2. Análisis cuantitativo por difracción de Rayos X del material mullítico.

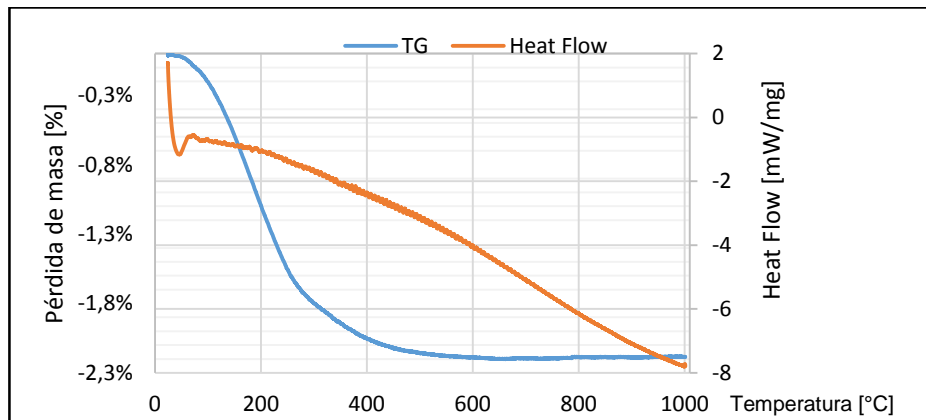
FASE	NOMBRE	CUANTITATIVO
SiO ₂	Cuarzo	5,9%
SiO ₂	Cristobalita	4,7%
Al _{4.59} Si _{1.41} O _{9.7}	Mullita	43,0%
SiO ₂	Cristobalita Alta	3,7%
Al _{4.948} Si _{1.016} O _{9.508}	Mullita	N.C
Fe ₂ O ₃	Hematita	N.C
Total Cristalino		57,3%
Total Amorfo		42,7%

N.C = No cuantificable (La(s) fase(s) son identificadas pero debido a su baja proporción no es posible refinar sus datos cristalográficos necesarios para su respectiva cuantificación)

Se demuestra de los resultados obtenidos en la Tabla 2, que no es un material mullítico puro, lo cual, se debe tener en cuenta en resultados posteriores. El Difractograma obtenido de esta prueba se puede ver en el ANEXO C.

4.1.3. Análisis térmico: Los análisis térmicos del material mullítico se muestran en la Figura 10, los cuales consisten en la curva termogravimétrica y la curva del análisis calorimétrico diferencial (DSC), realizados hasta 1000°C.

Figura 10. Análisis térmico del material mullítico.



En la curva termogravimétrica se aprecia una pérdida de masa significativa (2,2%) en el intervalo de temperaturas comprendido entre 25°C y 500°C, correspondiente a la pérdida de humedad en la muestra, lo cual, ocurre alrededor de los 150°C, la demás pérdida de masa es debida a sustancias volátiles en el material. El material no presenta pérdida de masa, lo cual indica, que es un material estable a altas temperaturas (1000°C). Por su parte, la curva DSC no muestra picos exotérmicos o endotérmicos que indiquen transformaciones polimórficas o cambios de fase, tampoco se observan picos relacionados con la pérdida de masa hasta 500°C, lo cual se explica por el bajo contenido de sustancias volátiles en el material. Vale la

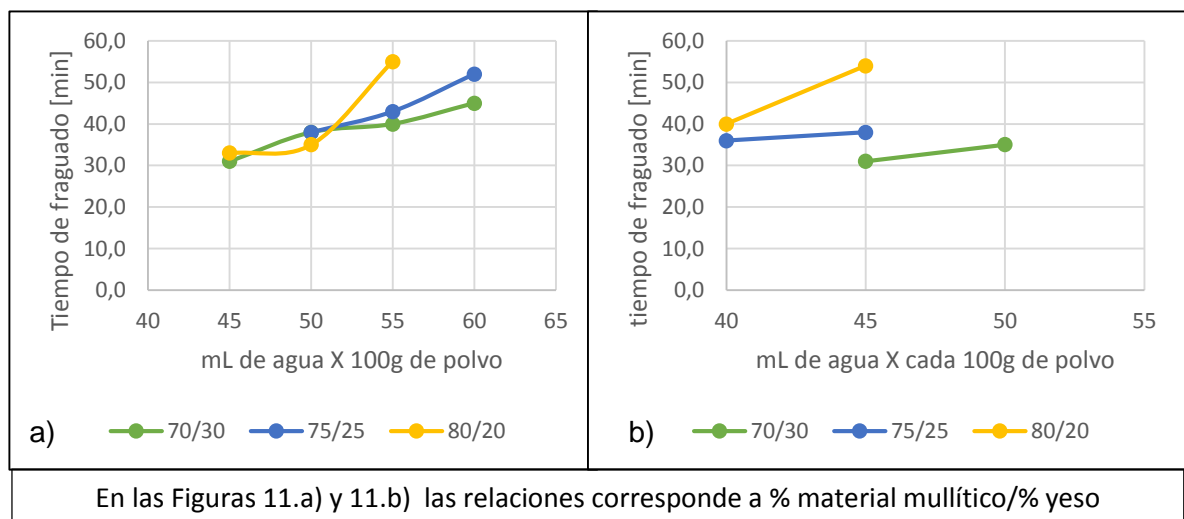
pena aclarar que el aparente pico endotérmico a 46°C, realmente no lo es, sino que se debe a la inercia del inicio del calentamiento de la muestra.

4.2 ELABORACIÓN DE LOS REVESTIMIENTOS

4.2.1. Mezclas utilizadas: Inicialmente se trabajó con los revestimientos cuyas variables de estudio fueron granulometría del material mullítico: 100% -140 mallas y 100% -200 mallas, relación refractario/yeso: 70/30, 75/25 y 80/20 y relación agua/polvo: 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65 y 70 mL de agua/100 g de polvo, todas elaboradas a una velocidad de agitación de 640 rpm.

4.2.2. Tiempo de fraguado: En la Figura 11 se presentan las variaciones del tiempo de fraguado para las diferentes mezclas refractario/yeso y diferentes relaciones agua/polvo, para las dos granulometrías del refractario estudiadas, -200 mallas (Figura. 11a) y -140 mallas (Figura. 11b)

Figura 11. Resultados tiempo de fraguado para el pasante a) -200 y b) -140 mallas



Se observa de forma general para todas las mezclas, que al aumentar la cantidad de agua, aumenta el tiempo de fraguado, debido a que la mezcla se satura con cierta cantidad de agua, y si existe un exceso, este no permitirá que la pasta pase a fase sólida rápidamente. De esta forma, se concluye que para las composiciones 70/30, 75/25 y 80/20 se recomiendan rangos de agua de 45-60, 50-60 y 45-55 mL respectivamente para el refractario fino (Fig. 11a), mientras que para el refractario más grueso (Fig. 11b) se recomiendan rangos de agua, para las mismas composiciones, de 45-50, 40-45 y 40-45 mL respectivamente.

Algunos tiempos de fraguado de las pastas, no se graficaron debido a que presentaban tiempos de fraguado de cero o por el contrario nunca fraguaron.

Estos resultados permitieron descartar algunas composiciones de las pastas (Ver Tablas 3 y 4), tomando como un primer criterio de selección de las mezclas, que el tiempo de fraguado debe estar en el rango de 20 a 60 minutos, dado que si se tienen tiempos menores, el tiempo de manipulación de la pasta no es suficiente y este empezará a solidificarse prematuramente, lo cual puede restar las propiedades de copiado del revestimiento, además atrapa más burbujas de aire, lo cual hace más difícil su expulsión en la etapa de vacío. Por otra parte si el tiempo de fraguado es mayor, retrasaría el proceso en general de fundición, pues se debe esperar varias horas antes de someter el revestimiento al tratamiento térmico y luego a la etapa de colado, lo cual, en la práctica disminuye la velocidad de producción.

Tabla 3. Composiciones descartadas -200 mallas (material mullítico)

Composición (Mullita/Yeso)	70/30			75/25			80/20		
mL agua/100 g de polvo	35	40	45	35	40	45	35	40	60
		70		65	70		65	70	

Tabla 4. Composiciones descartadas -140 mallas (material mullítico)

Composición (Mullita/Yeso)	70/30			75/25			80/20		
mL agua/100 g de polvo	35	40	55	35	50	55	35	50	55
	60	65	70	60	65	70	60	65	70

En las tablas 5 y 6 se presentan los revestimientos cuyas composiciones aprobaron el primer criterio de aceptación en la prueba de tiempo de fraguado:

Tabla 5. Composiciones seleccionadas con granulometría -200 mallas del material mullítico

Designación	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8	M9	M10
Composición (Mullita/Yeso)	70/30				75/25			80/20		
mL agua/100 g de polvo	50	55	60	65	50	55	60	45	50	55

Tabla 6. Composiciones seleccionadas con granulometría -140 mallas del material mullítico

Designación	M11	M12	M13	M14	M15	M16
Composición (Mullita/Yeso)	70/30		75/25		80/20	
mL agua/100 g de polvo	45	50	40	45	40	45

Nota: Las designaciones se realizaron para referirse a cada mezcla de manera más sencilla y clara en tablas y figuras posteriores.

4.2.3. Caracterización mineralógica y térmica de los revestimientos. Con el fin de evaluar la composición de los revestimientos antes y después del tratamiento térmico (Ver Figura 6), se utilizó la técnica de Difracción de Rayos X. Como lo único que difiere una composición de otra es la cantidad de agua, granulometría del material mullítico y/o la cantidad de yeso, solamente se realizó esta prueba a una composición, para no realizar pruebas innecesarias.

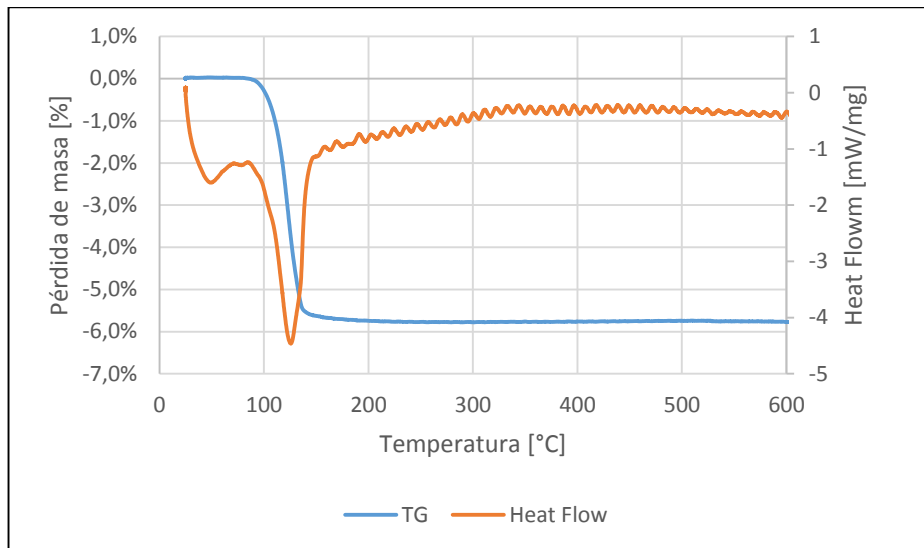
En la Tabla 7, se presentan las fases presentes, antes y después del tratamiento térmico para la composición de la mezcla M15:

Tabla 7. Fases cristalinas presentes, antes y después del tratamiento térmico para la composición de la mezcla M15

ANTES		DESPUÉS	
FASES	NOMBRE	FASES	NOMBRE
Al(A1 _{1.272} Si _{0.728} O _{4.864})	Mullita	Al _{4.59} Si _{1.41} O _{9.7}	Mullita
SiO ₂	Cuarzo	SiO ₂	Cuarzo
Ca(SO ₄)(H ₂ O) _{0.5}	Bassanita	Ca(SO ₄)	Anhidrita
SiO ₂	Cristobalita	Ca(SO ₄)(H ₂ O) _{0.5}	Bassanita
SiO ₂	Cristobalita Alta	SiO ₂	Cristobalita
Al ₂ O ₃	Corindón	SiO ₂	Cristobalita Alta
Al ₂ SiO ₅	Sillimanita	Al ₂ O ₃	Corindón
TiO ₂	Rutilo	Al ₂ SiO ₅	Sillimanita
Al ₂ (SiO ₄)O	Sillimanita	TiO ₂	Rutilo
SiO ₂ . X H ₂ O	Ópalo	SiO ₂ . X H ₂ O	Ópalo

De la Tabla 7, tal como se esperaba, durante el tratamiento térmico se forma la fase Anhidrita o Sulfato de Calcio Anhídrido, producto de la deshidratación de la fase Bassanita, presentes en el yeso. En la Figura 12, se presentan los resultados del análisis térmico del revestimiento M5.

Figura 12. Tratamiento térmico del revestimiento M5.



El análisis termogravimétrico muestra una pérdida de masa significativa (5,6%) en el intervalo de temperaturas comprendido entre 100°C y 135°C, correspondiente a la pérdida de humedad, que obedece a la transformación de la Bassanita presente en el yeso a Sulfato de Calcio Anhidrido, según la reacción (1) [19]:

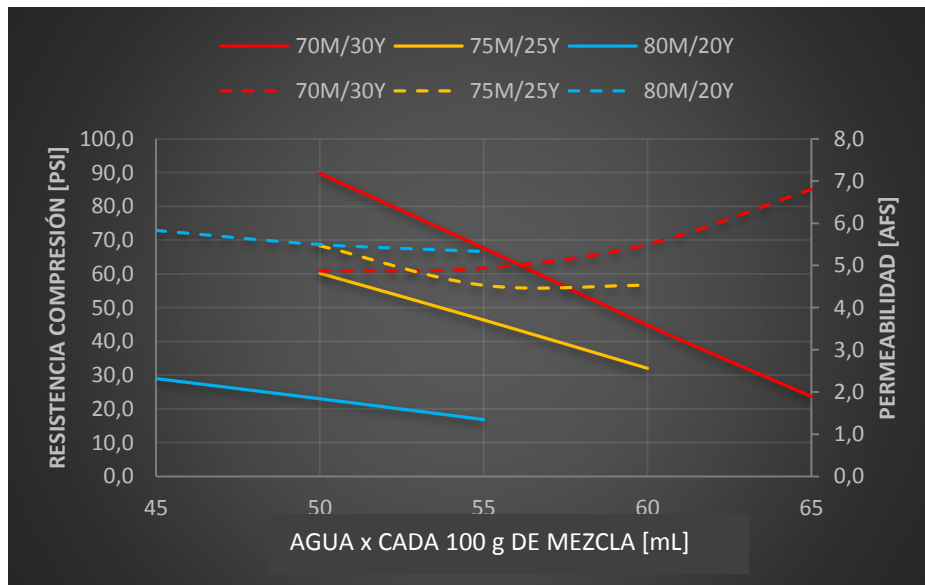


Por su parte la curva DSC muestra un pico endotérmico a 126°C correspondiente a la reacción (1), el cual, es característico de este tipo de reacciones, donde se pierde agua en las muestras.

4.2.4. Resistencia a la compresión en frío y permeabilidad. A continuación se presentan los resultados de resistencia mecánica y permeabilidad obtenidos para los diferentes revestimientos luego de su tratamiento térmico (Ver Figura 6).

4.2.4.1. Granulometría fina del material mullítico. Los resultados de resistencia a la compresión y permeabilidad para los revestimientos obtenidos con el refractario fino se presentan en la Figura 13. Para las tres composiciones de las mezclas, se observa que la resistencia a la compresión aumenta a medida que disminuye la cantidad de agua, lo cual, indicaría adición de agua en exceso, ya que el yeso, que es el aglomerante, reacciona con determinada cantidad de agua. Si se agrega más agua, esta queda incorporada pero no reacciona. Una mezcla con más agua es más fluida, pero tarda más tiempo en fraguar y luego del tratamiento térmico, se hace menos resistente, dada la mayor eliminación de agua, que la torna más frágil.

Figura 13. Comparación de resistencia a la compresión en frío (línea continua) con permeabilidad (línea a trazos) vs cantidad de agua por cada 100 g de mezcla del pasante 200.



Por otro lado, independientemente de la cantidad de agua adicionada a las mezclas, la resistencia a la compresión aumenta con el contenido de yeso, alcanzándose valores máximos de 89,8 Psi, 60,2 Psi y 29 Psi para las mezclas con 30, 25 y 20%

de yeso respectivamente. Tal comportamiento se debe a que, a mayores cantidades de yeso, la mezcla dispondrá de una mayor cantidad de aglomerante, por lo cual, hará una mezcla más compacta y resistente.

En cuanto a la permeabilidad, para las mezclas con menores contenidos de yeso (20 y 25%), las curvas parecen indicar una ligera disminución de la permeabilidad al aumentar la cantidad de agua, lo cual, se relaciona con la expansión que sufre el yeso durante el fraguado, lo que disminuye la porosidad. Por su parte, la mezcla con 30% yeso aumenta la permeabilidad con la cantidad de agua adicionada, lo que indicaría que prevalece la formación de poros por la pérdida de agua durante el tratamiento térmico, que por la expansión del yeso durante el fraguado.

Por otro lado, se podría decir que la cantidad de agua influye más en la permeabilidad, que la cantidad de yeso. A manera de comparación se puede realizar el análisis para una cantidad constante de 50 mL de agua, donde se alcanzaron valores de permeabilidad de 4,9 AFS, 5,5 AFS y 5,5 AFS para las composiciones con 30, 25 y 20% de yeso, lo cual no muestra algún efecto importante. Ahora, si se compara el cambio en la permeabilidad de la mezcla 70/30, podemos ver un valor mínimo de 4,9 AFS para 45 mL de agua y un valor máximo de 6,8 AFS para 65 mL de agua, lo cual si muestra un cambio significativo.

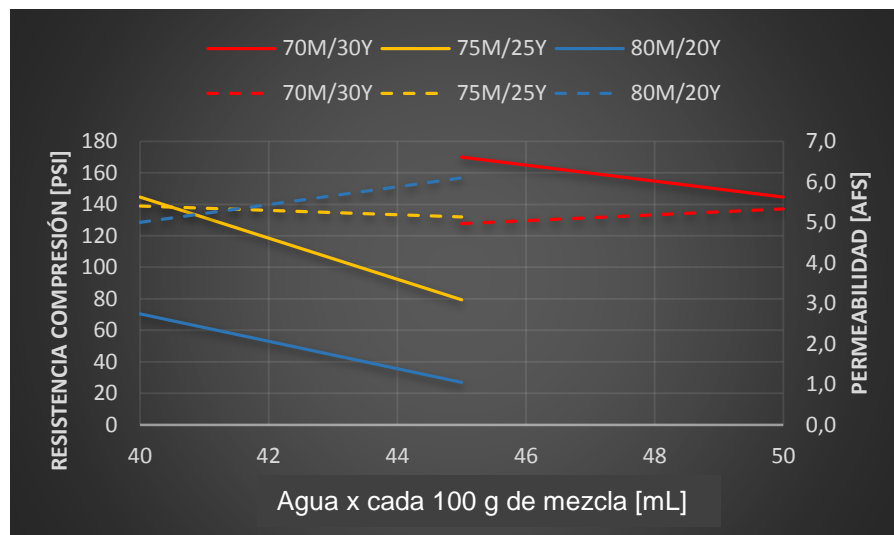
También se puede apreciar, que la influencia de la cantidad de agua en la resistencia a la compresión, es mayor a medida que la cantidad de yeso aumenta, esto se puede corroborar, analizando las diferentes pendientes en las rectas obtenidas (Figura 13) donde se alcanzan varianzas de 4,2 Psi, 2,9 Psi y 1,2 Psi de las composiciones con 30, 25 y 20% de yeso respectivamente por cada mL de agua.

Por último, se sabe que existe una relación inversa entre resistencia a la compresión y permeabilidad relacionada con la porosidad, debido a que a mayor cantidad de poros, estos actúan como concentradores de esfuerzos y disminuyen la resistencia.

Según lo anterior, podemos ver esta tendencia solo en la mezcla 70/30, lo cual se relaciona con la formación de poros por la pérdida de agua durante el tratamiento térmico. Mientras en las otras dos mezclas prevalece la expansión del yeso durante el fraguado, generándose poca porosidad durante el tratamiento térmico, no obstante el material se hace más frágil por la disminución de la densidad de la fase aglomerante.

4.2.4.2. Granulometría gruesa del material mullítico. Los resultados de resistencia a la compresión y permeabilidad para los revestimientos obtenidos con el refractario grueso se presentan en la Figura 14. Para las tres composiciones se observa que la resistencia a la compresión aumenta conforme disminuye la cantidad de agua, debido a lo explicado en el apartado anterior.

Figura 14. Comparación de resistencia a la compresión en frío (línea continua) con permeabilidad (línea a trazos) vs cantidad de agua por cada 100 g de mezcla del pasante 140.



Por otro lado, independientemente de la cantidad de agua adicionada a las mezclas, la resistencia a la compresión aumenta con el contenido de yeso, alcanzándose

valores máximos de 170 Psi, 144,6 Psi y 70,5 Psi para las mezclas con 30, 25 y 20% de yeso respectivamente. Tal comportamiento se debe a que, a mayores cantidades de yeso, la mezcla dispondrá de una mayor cantidad de aglomerante, por lo cual, hará una mezcla más compacta y resistente. Al comparar estos valores de resistencia con los obtenidos para las mezclas con el material más fino (Figura 13), es evidente que la distribución granulométrica más amplia favorece la resistencia a la compresión de los revestimientos, dado que, el acomodamiento de las partículas finas entre las gruesas favorece la densificación del cerámico.

Los valores de permeabilidad obtenidos en las tres composiciones para el material grueso, no presentaron una varianza importante, que permita describir alguna tendencia o relación con la resistencia mecánica.

4.2.5. Valores de compresión y permeabilidad aceptados. Se realizaron pruebas con la mezcla comercial Diamante Kerr obteniendo un promedio de 50 ± 1 [Psi] de resistencia a la compresión y $4,7 \pm 0,1$ [AFS] de permeabilidad. Se consideró adecuado un rango de aceptación entre 30-70 [Psi] de resistencia a la compresión y de permeabilidad superiores a 4,7 [AFS] como filtro para obtener los revestimientos más adecuados en estas propiedades.

A manera de comparación, entre los revestimientos elaborados con granulometría fina y gruesa del material mullítico, se puede observar que aquellas composiciones presentadas en la Figura 13, presentan rangos de resistencia a la compresión menores pero más cercanos a los de la mezcla comercial, que las composiciones presentadas en la Figura 14, lo cual, hace más viable la utilización de revestimientos con material mullítico fino, facilitando así el desmoldeo en la etapa final de fundición.

Al realizar las pruebas de compresión y permeabilidad a todos los revestimientos, solo seis de ellos cumplieron los parámetros de aceptación, los cuales se muestran en la Tabla 8 con los respectivos valores obtenidos en cada prueba.

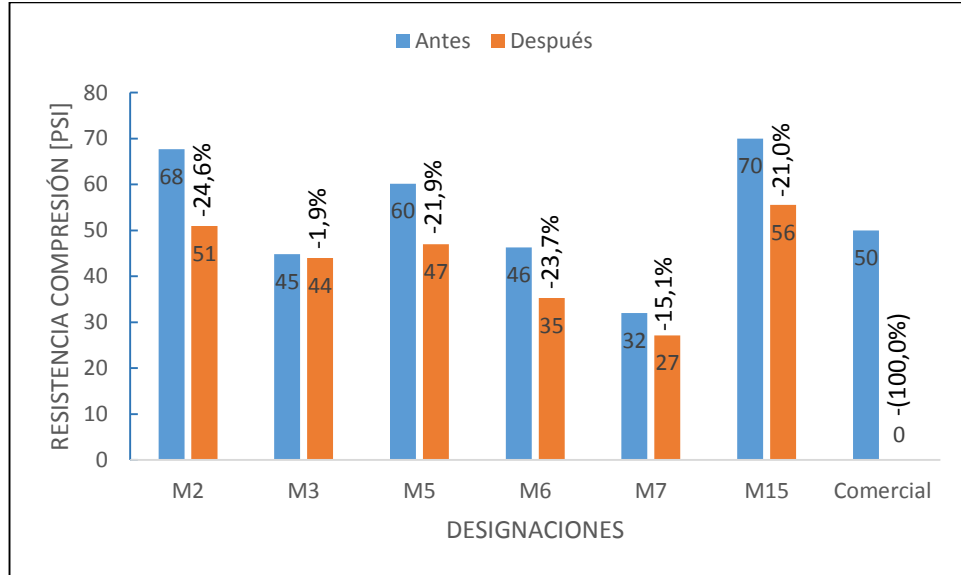
Tabla 8. Composiciones de las mezclas que cumplieron los criterios de aceptación de resistencia a la compresión y permeabilidad.

Designación	M2	M3	M5	M6	M7	M15
Resistencia a la compresión [Psi]	67,7 ± 2,6	44,8 ± 2,0	60,2 ± 3,3	46,3 ± 1,2	32,0 ± 1,7	70,5 ± 7,5
Permeabilidad [AFS]	4,9 ± 0,1	5,5 ± 0,0	5,5 ± 0,1	4,7 ± 0,1	5,8 ± 0,3	4,9 ± 0,7

Nota: Las designaciones obedecen a las composiciones de las mezclas mencionadas en las tablas 5 y 6.

4.2.6. Resistencia al choque térmico. Esta etapa se llevó a cabo con las composiciones seleccionadas (Tabla 8). Tal como se explicó en el apartado metodológico, la prueba consistió en determinar la pérdida de resistencia a la compresión de los revestimientos, por efecto de las grietas formadas al someter los mismos a cinco ciclos de calentamiento (700°C)- enfriamiento. Los resultados se presentan en la Figura 15 con las respectivas pérdidas de resistencia a la compresión en porcentaje.

Figura 15. Variación de la resistencia a la compresión de los revestimientos por su exposición a cinco ciclos de calentamiento (700°C)-enfriamiento

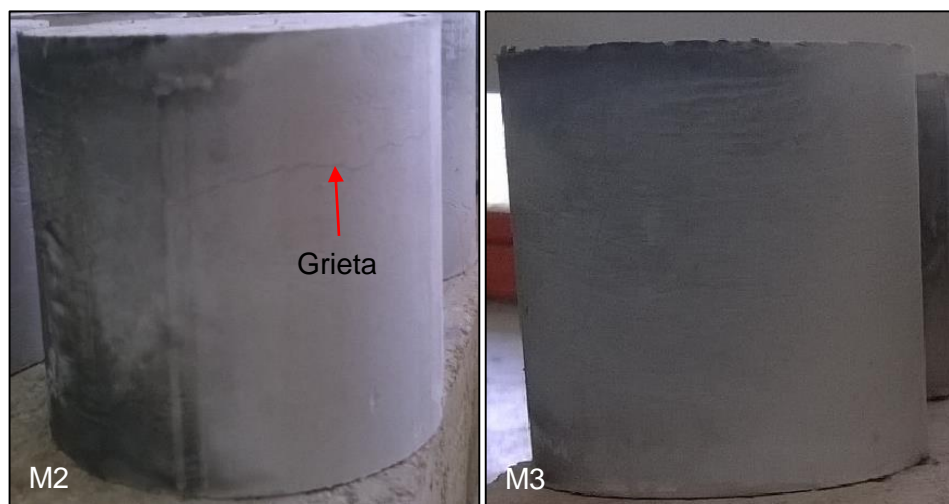


La mezcla comercial Diamante Kerr, al ser sometida a estos ciclos térmicos, presentó un deterioro total, lo cual hizo imposible medir la resistencia a la compresión de las probetas, por esta razón, se muestra una disminución del 100% de resistencia a la compresión en la Figura 15 para esta mezcla. Según lo anterior, todas las composiciones de las mezclas tienen una resistencia al choque térmico superior a la mezcla comercial, lo cual indica que todas cumplen con el criterio de aceptación para esta prueba.

Según la Figura 15, la disminución en resistencia a la compresión de todas las composiciones es muy similar, exceptuando la M3, donde solo se alcanzó una disminución de 1,9%, lo que indica, una buena resistencia al choque térmico con respecto a las demás, seguidas de la composición M7 con una disminución de 15,1%.

En la Figura 16 se evidencia la formación de grietas de la mezcla M2 a comparación de la mezcla M3 después de aplicado un ciclo térmico. Se realizó la comparación con estas dos composiciones debido a que son la de mayor y menor resistencia al choque térmico.

Figura 16. Probeta de composición M2 (Izquierda) y composición M3 (Derecha) después de aplicar un ciclo térmico



Se puede observar la ausencia de grietas para la composición M3, corroborando así su mayor resistencia al choque térmico, en comparación a la composición M2 que ya presenta una grieta muy notoria solamente en su primer ciclo de calentamiento (700°C)- enfriamiento.

Por lo anterior, se concluye que todas las composiciones de las mezclas pre-seleccionadas son aptas para el proceso de fundición por su excelente resistencia al choque térmico, resaltando una vez más la composición M3 como la mejor de estas, en cuanto a dicha propiedad. Estos resultados corroboran la alta resistencia al choque térmico de la mullita, dada su baja expansión térmica. A lo anterior se

suma el hecho de que durante el tratamiento térmico del revestimiento, el yeso hidratado pierde el agua de constitución, formando Anhídrido o Sulfato de Calcio Anhídrido tal como lo demuestran los resultados de DRX de los revestimientos, antes y después del tratamiento térmico (Ver Tabla 7).

En la Tabla 9, se presentan las composiciones de las mezclas, que han cumplido con los criterios de aceptación para la prueba de resistencia al choque térmico y su resistencia a la compresión después de la prueba:

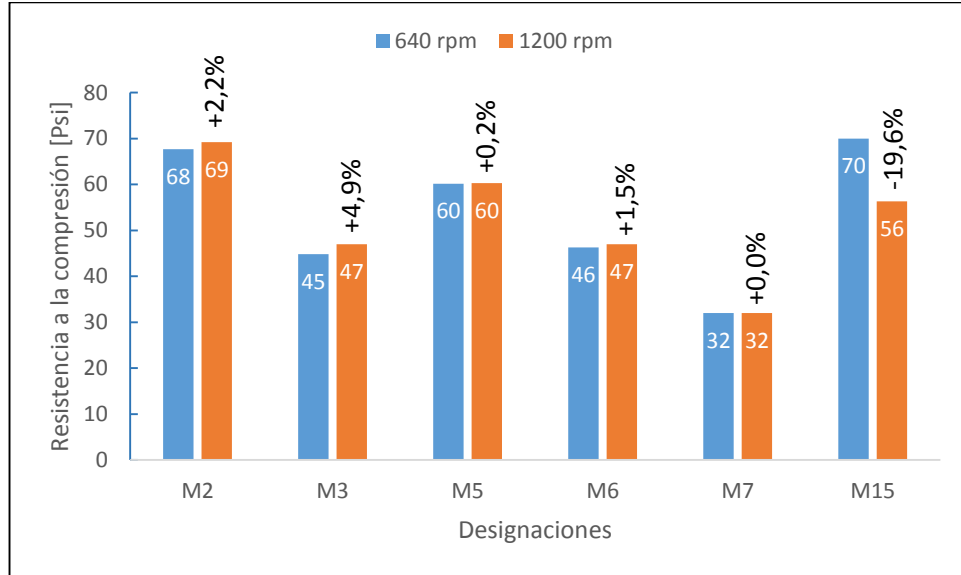
Tabla 9. Composición de las mezclas que cumplen los criterios de aceptación de resistencia al choque térmico

Designación	M2	M3	M5	M6	M7	M15
Resistencia a la compresión luego de 5 ciclos térmicos [Psi]	51,0 ± 7,0	44,0 ± 3,0	47,0 ± 3,0	35,3 ± 6,7	27,2 ± 1,6	55,7 ± 4,0
Pérdida de resistencia [%]	24,6	1,9	21,9	23,7	15,1	21,0

Nota: Las designaciones obedecen a las composiciones de las mezclas mencionadas en las tablas 5 y 6.

4.2.7. Efecto de la velocidad de agitación de las pastas en las características de los revestimientos. En la Figura 17, se observa que las composiciones M2, M3, M5, M6 y M7 no presentan una variación importante en su resistencia a la compresión al aumentar la velocidad de agitación a 1200 rpm. Por el contrario la composición M15 presenta una disminución importante en su resistencia a la compresión de 19,6%.

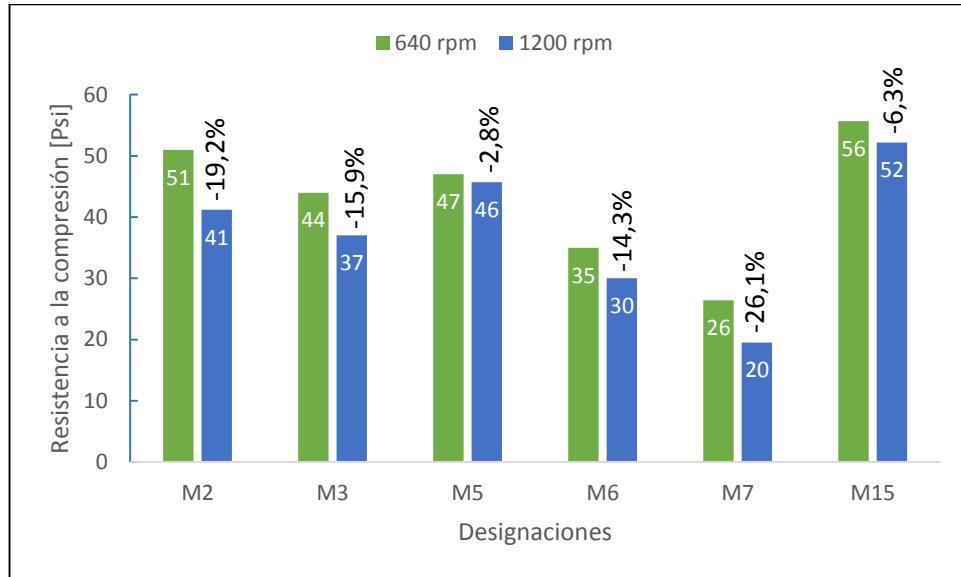
Figura 17. Variación de la resistencia a la compresión debido a la velocidad de agitación de los revestimientos



Lo que hace diferente a la composición M15 de las demás, es la granulometría gruesa del material mullítico, lo cual influye en la variación de resistencia a la compresión de esta composición en particular. No obstante, esto podría explicarse, por el hecho de que la distribución granulométrica de la mezcla M15 es mayor que la de las otras, motivo por el cual, en dicha mezcla las partículas se acomodan mejor, dando como resultado un revestimiento más denso y resistente. Pero el aumento de la velocidad de la agitación introduce burbujas en la mezcla que contrarrestando este efecto, reflejándose esto en una apreciable disminución de la resistencia a la compresión.

En la Figura 18, se muestran los resultados obtenidos de resistencia a la compresión de los revestimientos después de ser sometidos a la prueba de choque térmico con 640 rpm y 1200 rpm.

Figura 18. Valores de resistencia a la compresión de los revestimientos, sometidos a 5 ciclos de choque térmico, con velocidades de agitación de 640 y 1200 rpm

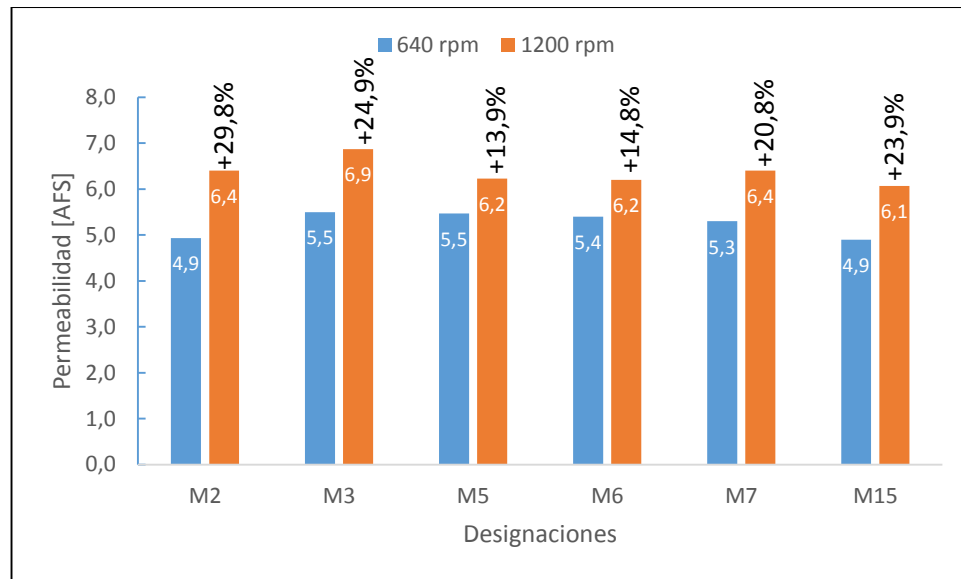


De la Figura 18, se puede observar claramente la buena resistencia al choque térmico de las mezclas M5 y M15 al ser agitadas a una velocidad de 1200 rpm, alcanzando diferencias pequeñas con respecto a las resistencias obtenidas con bajas velocidades de agitación, siendo estas de 2,8% y 6,3% respectivamente para M5 y M15. Las demás mezclas presentan menor resistencia al choque térmico al aumentar la velocidad de agitación, lo cual, las hacen menos aptas para el proceso de fundición, sin embargo, todos superan la resistencia al choque térmico de la mezcla comercial. La menor resistencia al choque térmico de los revestimientos obtenidos con las mezclas agitadas a mayor velocidad, se explica con el hecho de que la agitación de las barbotinas favorece la formación de burbujas que quedan atrapadas en la mezcla durante su fraguado.

En cuanto a los resultados de permeabilidad, presentados en la Figura 19, es evidente que al aumentar la velocidad de agitación se incrementa la permeabilidad

de los revestimientos, debido a que se forma una mayor cantidad de burbujas de aire en la pasta, incrementando la cantidad de poros abiertos en los revestimientos.

Figura 19. Variación en la permeabilidad debido al cambio en la velocidad de agitación de las pastas

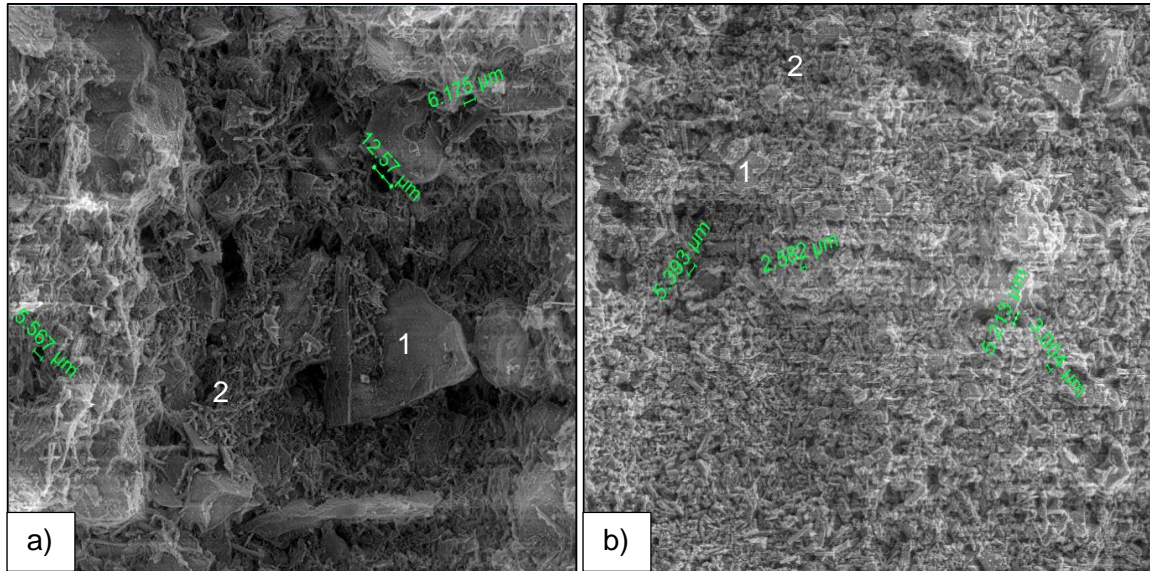


El aumento de poros abiertos en los revestimientos presenta algo positivo, ya que ayudan a la liberación de gases, que durante la fundición pueden causar imperfecciones en las piezas. No obstante, un exceso de los mismos, afecta el copiado y la calidad superficial de la pieza fundida.

4.2.8. Evaluación de tamaño de poros y fases presentes. Para obtener una medida de los poros en los revestimientos se utilizó la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), para comparar el efecto de la velocidad de agitación. Así mismo, se realizó análisis por Espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS) para identificar diferentes fases en los revestimientos.

En la Figura 20, se presentan las micrografías de la mezcla M15 a 640 rpm (a) y 1200 rpm (b) a 1000 aumentos, con la medida de los poros encontrados.

Figura 20. Micrografías por SEM de la mezcla M15 a) 640 rpm, b) 1200 rpm: (1) $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$; (2) CaSO_4



De manera general, en las micrografías se evidencia la presencia de partículas densas (1) rodeadas o inmersas en una matriz porosa (2), tal como era de esperarse, los análisis EDS (Ver Anexo D) demostraron que tales fases corresponden a mullita y CaSO_4 , respectivamente.

Por otro lado, es evidente que el aumento de la velocidad de agitación de la pasta (Figura 20.b)) genera homogeneidad en la distribución del yeso alrededor de las partículas del refractario con respecto a la mezcla agitada más suavemente (Figura 20 a)). El estudio microestructural, también permite inferir que la mayor velocidad de agitación genera poros más pequeños, encontrándose valores de diámetro de poros promedio de $8 \pm 1,5 \mu\text{m}$ y $4 \pm 1,9 \mu\text{m}$ para 640 y 1200 rpm respectivamente.

Esto favorece el acabado superficial de las piezas en la etapa de fundición, ya que las superficies del molde cerámico serán más lisas.

4.2.9. Revestimientos escogidos para la etapa de fundición. Gracias a todos los resultados obtenidos, las composiciones de las mezclas escogidas son: la M3, M5 y M15 debido a su adecuado tiempo de fraguado, resistencia a la compresión, permeabilidad y resistencia al choque térmico (Ver Tabla 10)

Tabla 10. Características de las composiciones escogidas

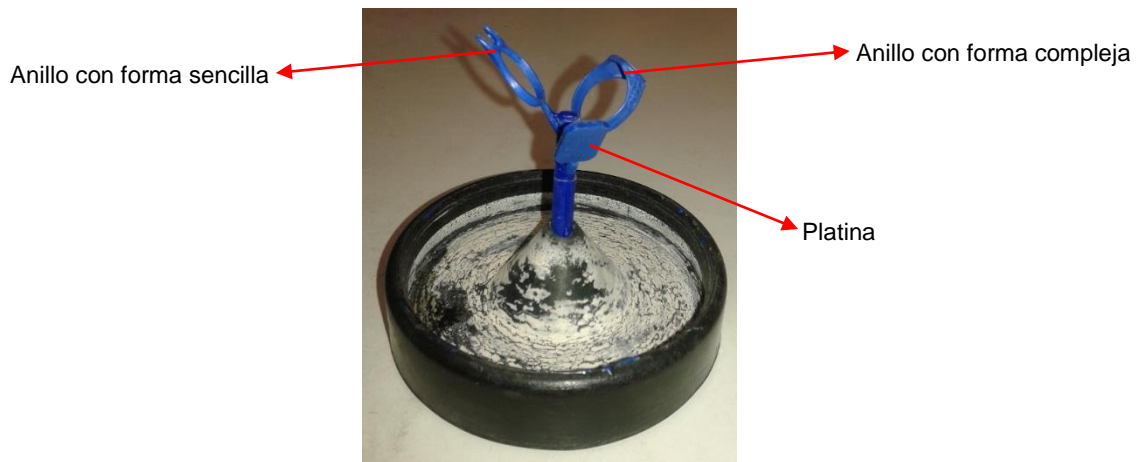
Designación	M3	M5	M15	M3	M5	M15
Velocidad de agitación [rpm]	640			1200		
Resistencia a la compresión [Psi]	44,8 ± 2,0	60,2 ± 3,3	70,5 ± 7,5	47,0 ± 2,0	60,3 ± 3,3	56,3 ± 7,5
Permeabilidad [AFS]	5,5 ± 0,0	5,5 ± 0,1	4,9 ± 0,7	6,9 ± 0,1	6,2 ± 0,1	6,07 ± 0,5
Pérdida de resistencia a la compresión por choque térmico [%]	1,9	21,9	21,0	15,9	2,8	6,3

4.3 FUNDICIÓN CON LOS REVESTIMIENTOS ELEGIDOS

4.3.1. Fundiciones preliminares. Con el objetivo de observar el efecto de la velocidad de agitación, en el proceso real de fundición, se realizaron dos coladas (sin esmeralda) implementando el revestimiento M15 a 640 y 1200 rpm, para evaluar el acabado superficial, el llenado correcto del molde y la capacidad de copiado. Todas las fundiciones se realizaron con un árbol en cera con tres elementos: un anillo de forma sencilla, un anillo de forma compleja y una platina para evaluar el acabado superficial alcanzado en el proceso.

4.3.1.1. Primera fundición. Esta fundición se realizó con el revestimiento M15 a una velocidad de agitación de 640 rpm con un tiempo de mezclado de la pasta de 30 segundos, utilizando una aleación ligera de 30%Al-70%Zn colada a una temperatura de 620°C, empleando el árbol de cera mostrado en la Figura 21.

Figura 21. Elementos del árbol de cera usados en las fundiciones preliminares



En la Figura 22 se presentan las fotografías del árbol fundido. En primera medida se observa, que el acabado superficial obtenido es aceptable por su textura y brillo, a pesar de que el revestimiento utilizado se fabricó con la granulometría del refractario más gruesa. Se escogió esta mezcla debido a que era la más crítica de todas, es decir, en teoría, los resultados menos favorables en la fundición se esperaban con esta mezcla, debido a la granulometría gruesa del refractario y a su baja permeabilidad debido a la velocidad de agitación de 640 rpm. El copiado de los detalles es bueno y hubo un llenado total del molde de manera general, es decir, no se presentó ninguna pieza con alguna parte faltante.

El acabado superficial de los anillos fue mejor que el obtenido en la platina debido a la diferencia de espesores, porque en la platina, al tener un mayor espesor, la

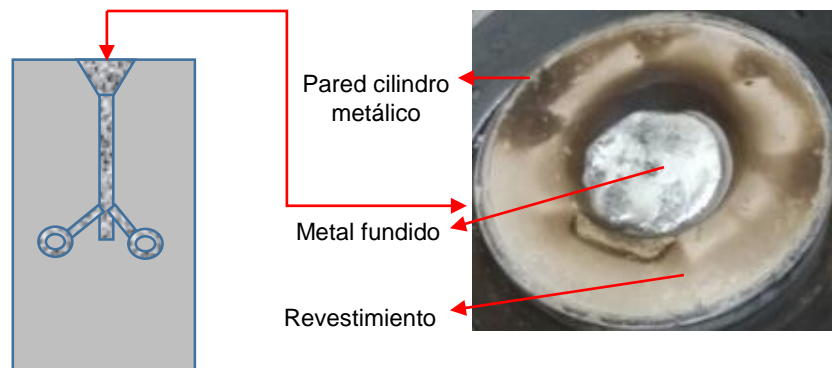
masa de metal fundido va a solidificar de forma más lenta, lo cual, conlleva a un ataque más prolongado del revestimiento por parte del metal y por ende a obtener este acabado de menor calidad. Se presentaron algunos defectos como poros que posiblemente se debieron a la baja permeabilidad relativa de este revestimiento.

Figura 22. Resultado obtenido en la primera fundición preliminar



En cuanto al revestimiento, se observa en la Figura 23, que no presentó agrietamiento alguno, indicando que resiste de manera adecuada el choque térmico por su contacto con el metal colado, obedeciendo así mismo a la buena resistencia al choque térmico de la mullita.

Figura 23. Revestimiento sometido al metal fundido.



Este revestimiento no presentó problema alguno en la etapa de desmoldeo facilitándose así la obtención del árbol fundido sin aplicar golpes o esfuerzos sobre medidos que pudieran afectar la integridad de las piezas.

4.3.1.2. Segunda fundición. En la Figura 24, se muestra la fundición realizada con el revestimiento M15 a una velocidad de agitación de 1200 rpm con un tiempo de mezclado de la pasta de 30 segundos, utilizando una aleación ligera de 30%Al-70%Zn colada a una temperatura de 620°C.

En comparación con la primera fundición, se obtuvo un acabado superficial mucho mejor y un copiado de detalles más exacto en las piezas obtenidas. En la platina se evidenció un mejor acabado superficial y brillo, haciendo de este revestimiento una mejor opción solamente aumentando la velocidad de agitación del mismo. No se presentaron porosidades en las piezas, lo cual obedece a que este revestimiento es mucho más permeable y facilita el escape de los gases dentro del molde durante la colada del metal fundido.

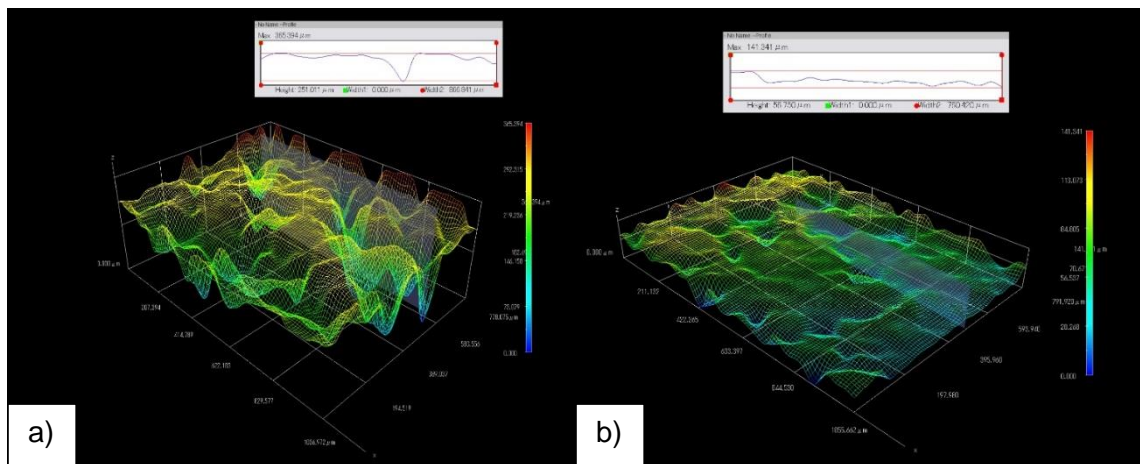
Figura 24. Resultado obtenido en la segunda fundición preliminar



En cuanto al revestimiento, resistió el choque térmico provocado por el metal fundido, por lo que no presentó grietas durante el proceso, evitando la posible aparición de rebabas en las piezas. También hubo mayor facilidad en la etapa de desmoldeo y limpieza del árbol fundido.

Se realizó un análisis por microscopía óptica de la superficie obtenida en las platinas, para corroborar, que velocidad de agitación es más conveniente para el proceso de fundición. Las imágenes en tercera dimensión de la superficie de la platina, de la primera y segunda fundición se muestran en las figuras 25 a) y b). En estas imágenes se puede observar la reconstrucción de las superficies de las platinas con su respectivo análisis dimensional.

Figura 25. Reconstrucciones 3D, de las platinas fundidas con el revestimiento M15 a velocidades de agitación de 640 rpm (a) y 1200 rpm (b)

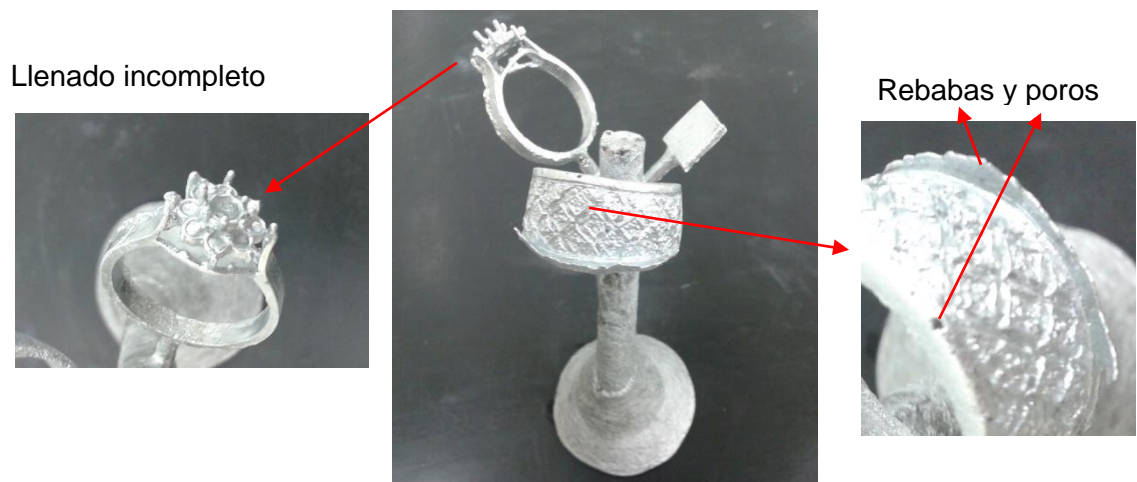


Se puede comprobar, que el acabado superficial obtenido con el revestimiento M15 mezclado a una velocidad de 1200 rpm (rugosidad promedio de $33,8 \pm 7 \mu\text{m}$) es mejor y con esto se da como descartado elaborar los revestimientos a 640 rpm

(rugosidad promedio de $73 \pm 33 \mu\text{m}$) debido a las mejores propiedades obtenidas con los revestimientos a 1200 rpm.

4.3.1.3. Tercera fundición. En la Figura 26, se muestra la fundición realizada con el revestimiento M3 a una velocidad de agitación de 1200 rpm con un tiempo de mezclado de la pasta de 30 segundos, utilizando una aleación ligera de 30%Al-70%Zn colada a una temperatura de 620°C , con el objetivo de comparar las propiedades finales de las piezas fundidas, utilizando este revestimiento que posee una granulometría más fina del material mullítico.

Figura 26. Resultado obtenido en la tercera fundición preliminar



Aunque se obtuvo un excelente copiado de detalles con este revestimiento, tal como se aprecia en la Figura 26, en esta fundición se presentaron muchos defectos en las piezas, tales como: poros, rebabas y un llenado incompleto de las piezas debido a ineficiencias del revestimiento, pues, al verter el metal colado en él, este ya presentaba una grieta debido al choque térmico al retirarlo del horno a 350°C para realizar la colada, lo cual, conlleva a que el metal colado se filtre por estas grietas y

provoque rebabas en las piezas. El agrietamiento del revestimiento se puede verificar en la Figura 27:

Figura 27. Agrietamiento del revestimiento antes del vertimiento del metal fundido.



Agrietamiento del molde

5.3.1.4. Cuarta fundición. En la Figura 28, se muestra la fundición realizada con el revestimiento M5 a una velocidad de agitación de 1200 rpm con un tiempo de mezclado de la pasta de 30 segundos, utilizando una aleación ligera de 30%Al-70%Zn colada a una temperatura de 620°C.

Figura 28. Resultado obtenido en la cuarta fundición preliminar



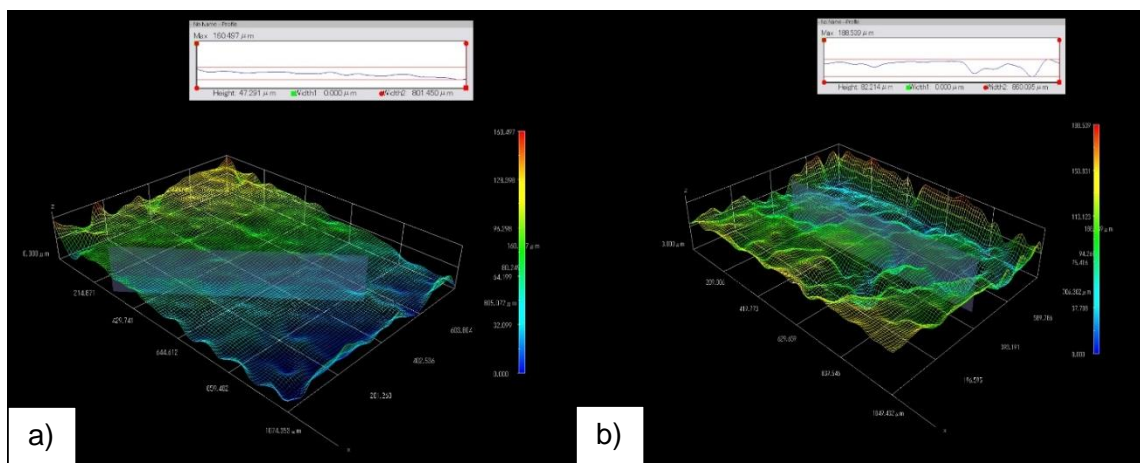
Llenado incompleto

Pieza faltante

Como se puede apreciar en la figura 28, el resultado obtenido fue deficiente, debido a que no hubo un llenado correcto de las piezas, lo cual se evidencia, en que solamente alcanzó la mitad de llenado en una de estas y la otra pieza no salió. Esto indica que este revestimiento no presenta la mejor aptitud para el proceso, debido a gases atrapados en el molde por la baja permeabilidad del revestimiento, que impide que el metal fundido llene totalmente las piezas.

Para evaluar el acabado superficial se hizo la observación microscópica de la superficie de la platina fundida con el revestimiento M5 de la cuarta colada, tal evidencia se puede observar en la Figura 29 b), la cual se compara con el acabado superficial de la platina fundida con el revestimiento M3 de la tercera colada (Figura 29 a)).

Figura 29. Reconstrucciones 3D, de las platinas fundidas con los revestimientos M3 (a) y M5 (b) a una velocidad de agitación de 1200 rpm



Se puede apreciar en las figuras 29 a y b, que el acabado superficial es mejor para la platina obtenida con el revestimiento M3 (rugosidad promedio de $58,37 \pm 12 \mu\text{m}$), que para la platina obtenida con el revestimiento M5, cuya superficie es más rugosa

(rugosidad promedio de $81 \pm 16 \mu\text{m}$), lo cual muestra una menor aptitud para el proceso de fundición. Aunque el revestimiento M3 presenta un buen acabado superficial, su resistencia al choque térmico no es apropiado, debido a que presentó grietas y por ende, piezas con defectos de fundición como los mostrados en la Figura 26. Gracias a los resultados obtenidos, se escogió el revestimiento M15 agitado a 1200 rpm, para realizar las fundiciones finales, debido al buen llenado y copiado de las piezas, acabado superficial y resistencia al choque térmico, obtenidos en las fundiciones preliminares con este revestimiento.

4.3.2. Fundiciones finales. Con el objetivo de aplicar la técnica de gemas pre-engastadas con esmeraldas colombianas, se realizaron dos coladas con el revestimiento M15, elaborado a una velocidad de agitación de 1200 rpm, implementando dos aleaciones (70%Zn-30%Al y 50%Ag-50%Cu), la primera con bajo punto de fusión (520°C) y la otra con alto punto de fusión (870°C). Cada árbol en cera contenía dos anillos con una esmeralda engastada en cada uno, utilizando recubrimiento de zirconita sobre una de las esmeraldas con el fin de protegerla.

En la Figura 30, se aprecia el resultado obtenido implementando el revestimiento M15 con la aleación ligera 70%Zn-30%Al, colada a una temperatura de 620°C .

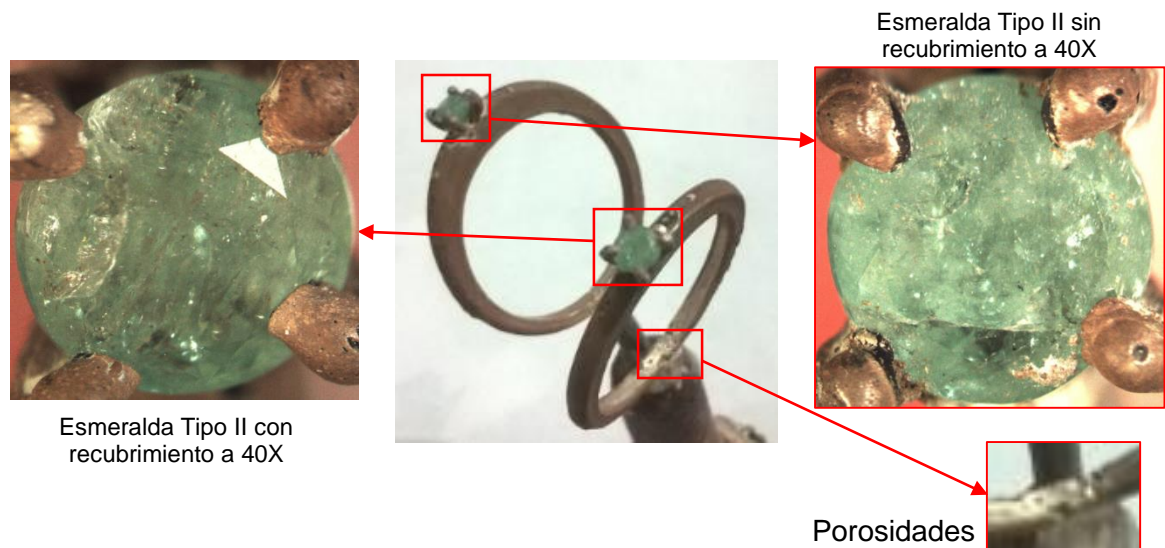
Figura 30. Resultado obtenido en la primera fundición final



Como se observa en la figura 30, el resultado fue bueno, debido a que las piezas no presentaron defectos de fundición, el llenado fue correcto, el copiado de los detalles fue bueno y no se observan rebabas debido a la excelente resistencia al choque térmico del revestimiento, el cual, no presentó grietas en ninguna etapa del proceso. Al final, las piezas se pudieron extraer del molde sin esfuerzos excesivos, debido a la resistencia adecuada del mismo.

En la Figura 31, se aprecia el resultado obtenido implementando el revestimiento M15 con la aleación 50%Ag-50%Cu, colada a una temperatura de 970°C.

Figura 31. Resultado obtenido en la segunda fundición final

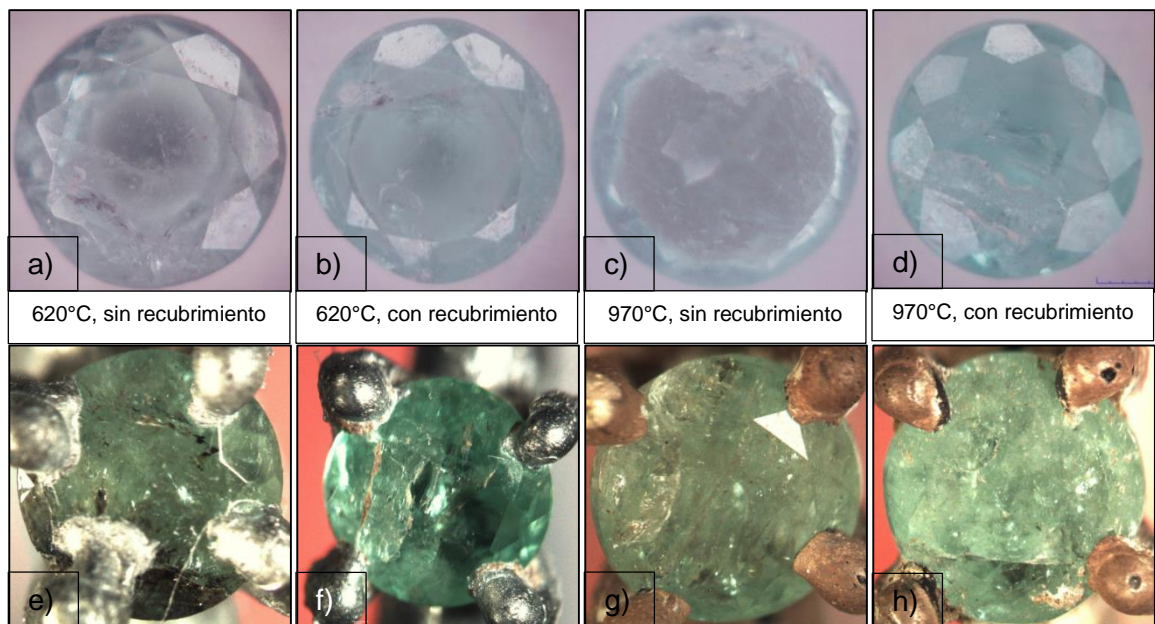


Como se observa en la Figura 31, se obtuvo un correcto llenado de las piezas, sin embargo se presentaron porosidades en las mismas debido posiblemente a la naturaleza de la aleación, pues es una aleación que no se usa comercialmente en joyería. Al tener mayor conductividad térmica que la aleación de Al-Zn, la aleación de Ag-Cu solidifica más rápido, por lo que la viscosidad del líquido aumenta rápidamente desde el inicio de la colada, hecho que dificulta la evacuación de los gases, generándose así poros en la pieza fundida. Por lo demás, hubo un buen

copiado de los detalles de las piezas, el acabado superficial fue bueno y no se observaron rebabas que indicaran posibles grietas en el revestimiento, lo que hace de este revestimiento, una buena opción para implementar aleaciones con alto punto de fusión por su buena resistencia al choque térmico.

4.3.3. Evaluación de las propiedades de la esmeralda. En la Figura 32 se comparan las esmeraldas antes y después de las coladas finales realizadas implementando la técnica del pre-engaste.

Figura 32. Fotografías de las esmeraldas antes (a-d) y después (e-h) del proceso de microfundición con el pre-engaste de las gemas.



De las imágenes tomadas de las esmeraldas en la Figura 32, se puede apreciar que en la fundición a baja temperatura, la esmeralda conservó su brillo y su color característicos, tanto para la recubierta con zirconita, como para la que no estaba recubierta. Por otra parte, las esmeraldas utilizadas en la fundición a alta

temperatura presentaron pérdida en sus propiedades, tanto en la recubierta con zirconita como la que no se encontraba recubierta, debido a que perdieron su color, brillo e incluso presentaron fisuras evidentes a simple vista, lo cual confirma la susceptibilidad de estas gemas a las altas temperaturas.

5. CONCLUSIONES

- ✓ El material mullítico se puede emplear, como materia prima en revestimientos enfocados a la implementación de la técnica de microfundición a la cera perdida, debido a su excelente estabilidad química y dimensional a altas temperaturas (1000°C) y a su alta resistencia al choque térmico.
- ✓ La granulometría del material mullítico influye de manera importante en la resistencia a la compresión de los revestimientos, donde se alcanzan valores máximos de 170 Psi con granulometría de -140 mallas, a diferencia del valor máximo de 89,8 Psi alcanzado con granulometría de -200 mallas.
- ✓ La relación refractario/aglomerante influye de manera importante en la resistencia a la compresión de los revestimientos, obteniendo valores mayores al aumentar la cantidad de yeso, así mismo, la resistencia al choque térmico es proporcional al contenido de material mullítico en la mezcla. Por otra parte, se presenta un mayor consumo de agua a mayor contenido de yeso.
- ✓ La relación agua/polvo repercute directamente en el tiempo de fraguado, aumentando este a mayor cantidad de agua, así mismo, la resistencia a la compresión y resistencia al choque térmico de los revestimientos, disminuyen a mayor cantidad de agua en las mezclas.
- ✓ El aumento en la velocidad de agitación (1200 rpm), influyó de manera significativa en la permeabilidad de los revestimientos, alcanzando aumentos del 29,3% con respecto a los revestimientos mezclados a bajas revoluciones (640 rpm), siendo un efecto positivo, ya que este incremento evidencia el aumento de poros abiertos en el molde que ayudan a la liberación de gases durante la colada, lo cual garantiza un llenado correcto de las piezas.

- ✓ Del análisis de las coladas finales, se puede establecer que las mejores condiciones para realizar el proceso de fundición, es con el revestimiento compuesto de 80% material mullítico con granulometría gruesa de -140 mallas con 40 mL de agua por cada 100 gramos de polvo, utilizando una velocidad de agitación de 1200 rpm, implementando aleaciones de bajo punto de fusión (620°C) o de alto punto de fusión (970°C). No obstante, la implementación de la técnica de pre-engaste con esmeraldas colombianas, solo sería viable utilizando aleaciones de bajo punto de fusión.

6. RECOMENDACIONES

- ✓ Implementar como materia prima, material mullítico de mayor pureza para obtener mejores propiedades, características de este material.

- ✓ Estudiar más a fondo, la influencia de la distribución granulométrica del material refractario en las propiedades de los revestimientos.

- ✓ Utilizar un permeámetro más sensible para realizar las pruebas de determinación de permeabilidad para proyectos posteriores.

- ✓ Estudiar en un mayor rango de velocidades de agitación de las mezclas, su efecto en las propiedades del revestimiento.

- ✓ Desarrollar una aleación preciosa de bajo punto de fusión que permita la adaptación del método de pre-engaste con esmeraldas utilizando el revestimiento desarrollado en el presente proyecto.

CITAS

[1] SANABRIA M. LOZANO LUIS F. Permeabilidad y resistencia mecánica de cáscaras cerámicas empleadas en el proceso de microfusión [En línea] <http://sisbib.unmsm.edu.pe/bibvirtualdata/publicaciones/geologia/vol11_n21/a05vol11n21.pdf> [citado en 17 de abril de 2015]

[2] TYLER TEAGUE, Jett Industries. Casting Metal Directly onto Stones [En línea] <<http://www.jettresearch.com/sites/default/files/casting%20stones%20in%20place%202001.pdf>> [citado en 5 de agosto de 2014]

[3] EKISSON. Producción de liga para joyería y platería [En línea] <<http://www.ekisson.com/scheda.php?lang=esp&id=74>> [citado en 17 de abril de 2015]

[4] AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Investment materials [En línea] <<http://es.slideshare.net/indiadentalacademy/investment-materials>> [Citado en 17 de abril de 2015]

[5] FUNDICIÓN. Fundición a la cera perdida [En línea] <<http://dc276.4shared.com/doc/UJ7KckoB/preview.html>> [citado en 23 de agosto de 2014]

[6] FACULTAD INGENIERÍA INDUSTRIAL. Laboratorio de producción. Julio Garavito. Curso de procesos de manufactura [En línea] <http://www.escuelaing.edu.co/uploads/laboratorios/9627_fundicion.pdf> [citado en 23 de agosto de 2014]

[7] TECNOLOGÍA E INSUMOS COMPAÑÍA LTDA. Satín Cast Diamante – Instrucciones [En línea] <

http://www.tecnoinsumos.com/INSTRUCCIONES_TECNICAS_REVESTIMIENTO_KERR_DIAMANTE.pdf> [citado en 30 de marzo de 2015]

[8] CENDRES + MÉTAUX SA. Técnica de precalentamiento rápido y convencional. Revestimiento sin grafito a base de cuarzo y cristobalita para aleaciones preciosas y no preciosas [En línea] < http://www.cmsa.ch/SiteCollectionDocuments/CM-20_Instr_sp_WEB.pdf> [citado en 23 de agosto de 2014]

[9] INSTITUTO GEMOLÓGICO ESPAÑOL. Conocimientos básicos sobre la joyería. [En línea] < <http://www.ige.org/gemologia/curso-basico-gemologia-online/capitulo-12-conocimientos-basicos-joyeria/>> [citado en 23 de agosto de 2014]

[10] Treatment of Emerald, Aquamarine and Morganite Beryls [En línea] < http://nevada-outback-gems.com/Encyclopedia_pages/gem_treatments/emerald_treatment.htm> [citado en 23 de Agosto de 2014].

[11] BIBLIOTECA DE JOYERÍA/YBARRA. Esmeraldas, características y propiedades [En línea] < http://www.raulybarra.com/notijoya/biblioteca_archivos_1.1/notijoya_1.1/archivosn_otijoya2/2esmeralda.htm> [citado en 24 de agosto de 2014].

[12] JOYERÍA CARIBE. Esmeraldas por la naturaleza. [En línea] < <http://jcemeralds.com/es/educational/emeralds/>> [Citado en 30 de marzo de 2015]

[13] DANIEL RIBERO, RAMIRO RESTREPO, CARLOS PAUCAR, CLAUDIA GARCIA. Disminución de la temperatura en la síntesis de un material cerámico altamente refractario (mullita) a partir de hidroxihidrogeles. [En línea]< <http://www.revistas.unal.edu.co/index.php/dyna/article/view/937/11636>> [citado en 5 de agosto de 2014].

[14] CERAMICA. Propiedades de EDITORIAL REVERTÉ, S.A. Encarnación, 86. Barcelona (24). Impreso en España.

[15] A. L. CAVALIERI, P. PEÑA, S. DE AZA. Mullita: Naturaleza de la fusión y rango de solución sólida [En línea] <<http://boletines.secv.es/upload/199029171.pdf>> [citado en 24 de agosto de 2014].

[16] JULIANA ANGGONO. Mullite ceramics: its properties, structure, and synthesis. Lecturer. Faculty of industrial Engineering, Mechanical Engineering department- Petra Christian University.

[17] UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA–AZCAPOTZALCO. Influencia del cobre en la transformación de fase de la aleación Zn - 22 % p Al, durante la homogenización [En línea] <<http://www.scielo.org.mx/pdf/sv/v24n2/v24n2a6.pdf>> [citado en 4 de abril de 2015]

[18] DIAGRAMA DE EQUILIBRIO EN EL ENTORNO DE LA TRANSFORMACIÓN EUTÉCTICA. [En línea] <http://www.upv.es/materiales/Fcm/Fcm05/pfcm5_6_2.html> [citado en 4 de abril de 2015]

[19] EL YESO. Ciencia y Tecnología de los Materiales. [En línea] <<http://ocw.usal.es/enseanzas-tecnicas/ciencia-y-tecnologia-de-los-materiales/contenido/TEMA%203%20-%20EL%20YESO.pdf>> [citado en 28 de Abril de 2015].

BIBLIOGRAFIA

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Cold Crushing Strength and Modulus of Rupture of Refractories, ASTM International, West Conshohocken, PA, 1997. (ASTM C133-97)

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Physical Testing of Gypsum, Gypsum Plasters and Gypsum Concrete, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014. (ASTM C472-99(2014))

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Method for Quantitatively Measuring the Effect of Thermal Shock and Thermal Cycling on Refractories, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011. (ASTM C1171-05(2011))

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Method for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014. (ASTM C136 / C136M-14)


DONALD G. FINK; H WAYNE; JOHN M. CARROLL. Manual de electricidad para ingenieros. Fusión de metales. Barcelona. Tomo III. Editorial Reverté S.A., 1984. 75 p. ISBN-84-291-3026-8.

LONDOÑO MONTES, Carlina. Diseño de un procedimiento de fabricación del revestimiento refractario para adaptar el método de gemas pre-engastadas a las esmeraldas colombianas. Esmeraldas naturales. Bucaramanga, 2014, 49 p. Trabajo de maestría (Ingeniero Metalúrgico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de ingenierías Físicoquímicas.

RIVERA ARIZA, Katrina; VILLAMIZAR DÍAZ, Sebastián. Caracterización y aplicación de recubrimientos cerámicos a gemas de esmeraldas colombianas para su protección en el proceso de moldeo en cera perdida, método pre-engaste. Recubrimiento de zirconita. Bucaramanga, 2014, 49 p. Trabajo de grado (Ingeniero Metalúrgico). Universidad Industrial de Santander. Facultad de ingenierías Fisicoquímicas.

ANEXOS

ANEXO A. Ficha de datos técnicos del material mullítico empleado en la investigación.



ERECOS
empresa de refractarios colombianos s.a.

ARCILLA CALCINADA CH-34

Análisis Químico (%)	
Al ₂ O ₃	44.1 (40.6 Min)
SiO ₂	52.7
Fe ₂ O ₃	0.6 (1.1 Max)
TiO ₂	1.9
CaO	0.1
MgO	0.2
Álcalis	0.2
Cono Pírométrico Equivalente (PCE)	34-35
Temperatura equivalente (°C) ASTM C-24	1763-1785
BSG (Bulk specific gravity) ASTM C-357	2.40 (2.35 Min)
Porosidad (%) ASTM C-357	10.9

Tamaño (mm)	+M28	-M150	-M250	-M325
Fino	Máx 1.5	Min 55	Tar 20	Min 15

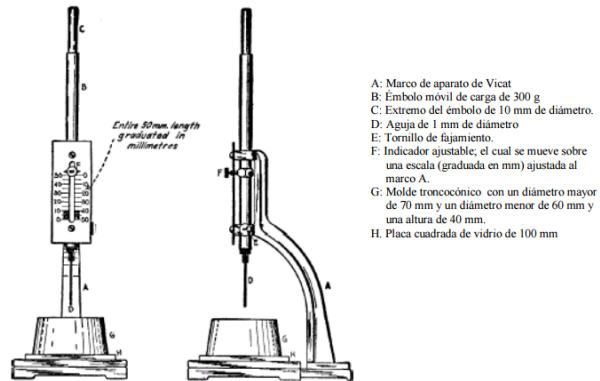
Los datos anteriores se basan en los resultados promedios de las pruebas de control sobre lotes de producción industrial utilizando los procedimientos descritos en las Normas Técnicas Colombianas y ASTM donde ellas sean aplicables y no deben emplearse para efectos de especificaciones garantizadas.

2012-09-25

Todos los derechos reservados © ERECOS

ANEXO B. imágenes de los equipos utilizados durante la investigación

a). Esquema del instrumento de la aguja Vicat.



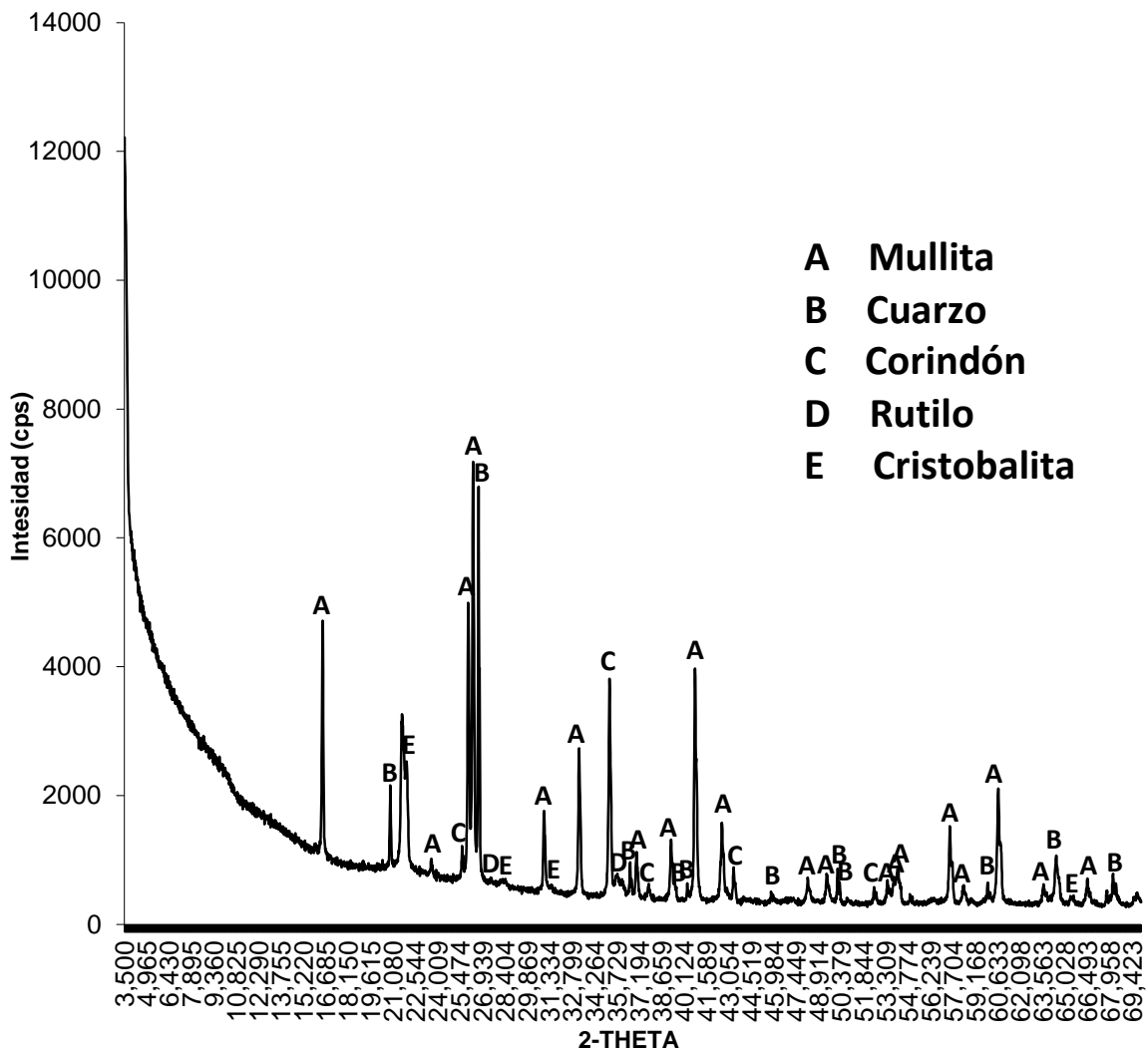
b). Máquina universal de ensayos DIETER DETROIT No. 400 (Low Range)



c). Permeámetro eléctrico NO. 338-B DIETER DETROIT

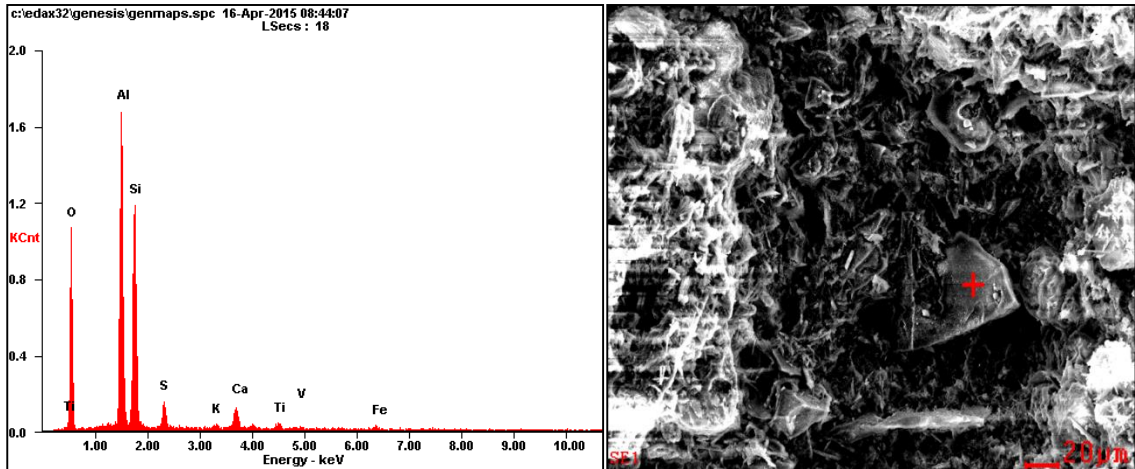


ANEXO C. Difractograma del material mullítico utilizado como materia prima en esta investigación proyecto

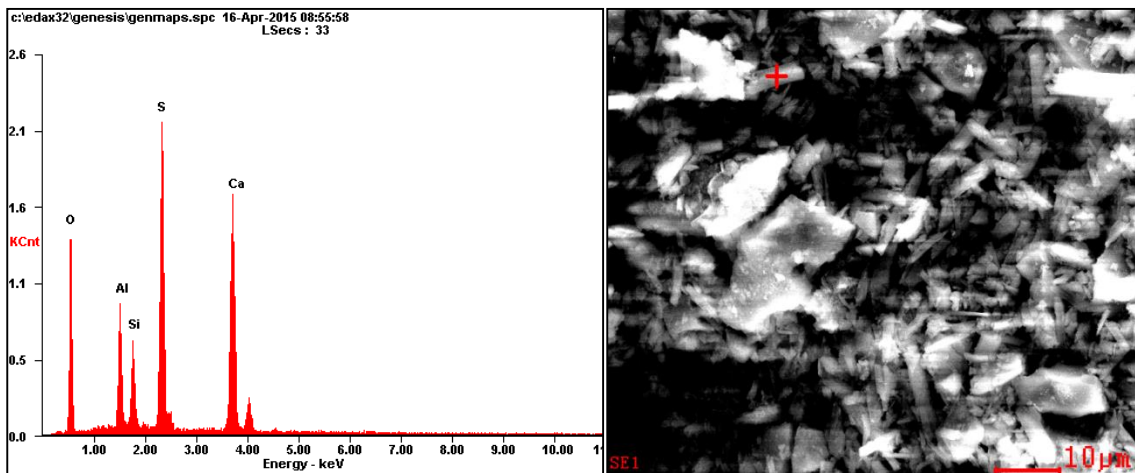


ANEXO D. Análisis por EDS del revestimiento M15 a una velocidad de agitación de 640 rpm y 1200 rpm.

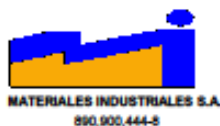
a). Zona (1) correspondiente a la fase Mullita



b) Zona (2) correspondiente a la fase CaSO_4 .



ANEXO E. Cotización del material mullítico utilizado en la investigación.



COTIZACION

CIUDAD BOGOTA, D.C		FECHA 27-Ago-13		126	
CLIENTE UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER		DIRECCION BUCARAMANGA		TELEFONO:	FAX:
SOLICITUD SRA. CAROLINA LONDOÑO		REFERENCIA REFRACTARIO PARA HORNO			
FORMA DE PAGO: CONTADO		PRECIOS EXW, BOGOTA		VIA TERRESTRE	FLETES DESTINATARIO
ENTREGA DOS SEMANAS DESPUES DE CONFIRMADO EL PEDIDO.				EMPAGUE	ESTIBAS
ITEM	CANTIDAD	DESCRIPCION	MARCA	UNITARIO \$	TOTAL
1	500	KGS. CHAMOTE 34	FINO EMPACADO	1.392	696.000
2	1	SERVICIO FLETE BOGOTA-BUCARAMANGA			178.000
SE RESERVA EL MATERIAL OCHO DIAS .					
SUBTOTAL					874.000
IVA (16%)					139.840
TOTAL					1.013.840
PRECIOS VIGENTES HASTA EL 31 DE AGOSTO DE 2013					

SOMOS AUTORRETENEDORES SEGÚN RESOLUCION 1605 DEL 11 DE DIC/89
SOMOS GRANDES CONTRIBUYETES SEGÚN RESOLUCION 050/88

FAVOR CONSIGNAR EL VALOR EXACTO DE LA COTIZACIÓN EN EFECTIVO EN LA CUENTA BANCOLOMBIA CORRIENTE 21973117288 A NOMBRE DE MATERIALES INDUSTRIALES S.A. Y ENVIAR COPIA DE CONSIGNACION, CON DATOS (NOMBRE, NIT, DIRECCION Y TELEFONO) PARA EL CASO DE ENVIO DE LA MERCANCIA AL FAX 360 70 45 EN BOGOTA. ESTE FLETE ES CONTRA ENTREGA.

CORDIALMENTE,

NIDIA HERNANDEZ MONSALVE

Fabrica: km. 5 Vía Corrales-Sogamoso (Boyacá) Tel. (8)770 71 95-770 71 96, Fax 770 42 12 A.A: 094
Carrera 27 No. 17-68 - Tels: 3607036-3607059-2017914-Fax:3607045-Bogotá, D. C.