

**EVALUACIÓN CROMÁTICA Y MICROESTRUTURAL DE UNA ALEACIÓN DE
ORO BLANCO AL Mn EN ESTADO FUNDIDO Y TRATADA TÉRMICAMENTE**

MONIKA GARCIA RAMIREZ
Ingeniera Metalúrgica

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES
MAESTRÍA EN INGENIERÍA- ÁREA METALÚRGICA
BUCARAMANGA
2008

**EVALUACIÓN CROMÁTICA Y MICROESTRUTURAL DE UNA ALEACIÓN DE
ORO BLANCO AL Mn EN ESTADO FUNDIDO Y TRATADA TÉRMICAMENTE**

MONIKA GARCIA RAMIREZ

Ingeniera Metalúrgica

**Trabajo de investigación para optar por el título de
Magíster en Ingeniería Metalúrgica**

Director

DARÍO YESID PEÑA BALLESTEROS

Ingeniero Metalúrgico, Ph.D.

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES
MAESTRÍA EN INGENIERÍA- ÁREA METALÚRGICA
BUCARAMANGA
2008**

Dedicatoria

A Dios, por llenarme de tantas bendiciones. Por rodearme de personas que hacen mi vida feliz, por todos los momentos que he vivido buenos y difíciles, que han hecho de mí la persona que soy ahora, fuerte.

A mis padres, que lo han dado todo por mí, por sus sacrificios, cuidados y apoyo incondicional para mantenerme firme y con el deseo latente de alcanzar esta meta, este nuevo triunfo es para ustedes, a mi nonita, a mis hermanos y Dieguito; a mi matachito, por escucharme, aconsejarme, ayudarme, por su amor y por ser la fuerza para lograr mis metas.

A los nuevos y viejos amigos, siempre presentes de los que hay poco que decir, y mucho que agradecer.

Monik

Agradecimientos

En primer lugar quiero agradecer al Ing. Arnaldo Alonso Baquero, mi profesor, tutor y amigo, todo el apoyo incondicional y paciencia que me ofreció desde el principio, sabiendo siempre que era lo mejor para mí en cada momento. Al

Ingeniero Luis Carlos Franco, compañero con quien luchamos por la ilusión y el tiempo que invertimos porque este proyecto se hiciera realidad. Al Ing Wilson Vesga, por su tiempo dedicado, su interés y apoyo. Siento una especial gratitud tanto a nivel profesional como personal hacia mi nueva amiga, la Ing. Dery Corredor; aún me sorprenden su compromiso y dedicación, su cariño y cercanía, los cuales me ayudaron a creer en este trabajo y están más allá de todo elogio. Qué importante han sido los amigos, especialmente Shirley y Yudy con quienes compartí y viví preocupaciones, confidencias, dudas, y quienes también saben lo que es hacer una tesis luchando día a día; A mis queridas amigas Adri, Mogolla, Caro, Nury, Mary, y Gilma, a todas mis viejas amigas y amigos, por su paciencia, y por el granito de arena que cada uno puso para hacer este sueño realidad.

A la Universidad Industrial de Santander, por la formación recibida y el inmenso apoyo en el transcurso de esta etapa de enriquecimiento y aprendizaje. A los profesores, técnicos, y demás integrantes de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica, por su interés y compromiso. Al profesor Darío Yesid Peña Ballesteros por sus valiosos aportes, respaldo, calidad humana, don de gente, apoyo y dedicación. Al profesor Luis Emilio Forero por su apoyo y colaboración y a todos los integrantes del Grupo de Biomateriales de la Universidad Industrial de Santander por su colaboración, especialmente al Ing. Javier Gómez y Carlos Oviedo.

CONTENIDO

Pág.

INTRODUCCIÓN	1
OBJETIVOS	4
OBJETIVOS ESPECÍFICOS	4
1. JUSTIFICACIÓN	5
2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	7
3. ALCANCES Y LIMITACIONES	11
3.1 FORMULACIÓN DE HIPÓTESIS	12
4. FUNDAMENTOS TEÓRICOS	13
4.1 ALEACIONES DE ORO	13
4.2 ALEACIONES DE ORO COLOREADAS	13
4.3 ALEACIONES DE ORO BLANCO	15
4.4 EFECTO BLANQUEADOR DE LOS METALES EN EL ORO	23
4.5 MEDICIÓN DEL COLOR	31
4.6 PROPIEDADES METALÚRGICAS DE LAS ALEACIONES DE ORO BLANCO	33
4.6.1 Colabilidad	33
4.6.2. Susceptibilidad al agrietamiento en caliente	34

4.6.3 Tamaño de Grano.	35
4.7 PROPIEDADES MECÁNICAS	35
4.7.1. Módulo de Elasticidad	35
4.7.2. Resistencia máxima a la tensión.	36
4.7.3. Microdureza.	36
4.8 RUGOSIDAD	37
5. DESARROLLO EXPERIMENTAL. ELABORACIÓN DE LA ALEACIÓN DE ORO BLANCO AL Mn	39
5.1 MATERIAS PRIMAS	40
5.2 EQUIPOS	40
5.3. OBTENCIÓN DE LAS PROBETAS	40
5.3.1 Probetas para ensayos.	41
6. EVALUACIÓN DE LOS ELEMENTOS DE ALEACIÓN DE LA LIGA Y SU INFLUENCIA EN LA ELABORACIÓN DEL ORO BLANCO.	43
7. ELABORACIÓN DE LA ALEACIÓN DE ORO BLANCO AL Mn	64
7.1 FUSION DE LAS ALEACIONES DE ORO BLANCO AL Mn.....	64
7.2 PROPIEDADES CROMÁTICAS DE LAS ALEACIONES DE ORO BLANCO.	67
7.3 CARACTERÍSTICAS SUPERFICIALES DE LAS ALEACIONES DE ORO BLANCO.	69
7.3.1. Rugosidad	72
7.4 PROPIEDADES MECÁNICAS.	74

7.4.1 Dureza	74
7.6 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL	80
7.7 DIFRACCIÓN DE RAYOS X	107
7.8. CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)	111
CONCLUSIONES	115
RECOMENDACIONES	118
BIBLIOGRAFÍA	119
ANEXOS	123

LISTADO DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Diagrama de causa–efecto	10
Figura 2. Diagrama Oro-Cobre-Plata.	13
Figura 3. Corte Isométrico del diagrama ternario Au-Ag-Cu a temperatura ambiente	14
Figura 4. Sistema Au-Cu-Ni	16
Figura 5. Sistema Au-Pd-Ag	16
Figura 6. Aleaciones de Oro blanco y su participación en el mercado mundial.....	17
Figura 7. Diagrama Au-Ni	18
Figura 8. Sistema binario Au-Cu	18
Figura 9. Sistema Au-Pd	20
Figura 10. Sistema Au-Ag	20
Figura 11. Sistema Pd-Ag	21
Figura 12. Sistema Au-Cr	31
Figura 14. Modelo para la probeta de Ensayo de Colabilidad	34
Figura 15. Grafica Tensión Vs. Deformación	36
Figura 16. Rugosidad superficial y geométrica	37
Figura 17. Longitud básica	37
Figura 18. Representación esquemática de Ra	38
Figura 19. Esquema del desarrollo experimental establecido.....	39
Figura 20. Sistema de llenado diseñado	42
Figura 21. Sistema Au-Mn	44
Figura 22. Sistema Au-Fe	44
Figura 23. Diagrama Au-Mn	46

Figura 24. Sistema binario Au-Pt	47
Figura 25. Sistema binario Au-Zn.....	48
Figura 26. Típicas estructuras cristalinas de las aleaciones	49
Figura 27. Sistema Cu-Zn	49
Figura 28. Sistema Ag-Zn	50
Figura 29. Sistema Cu-Al	51
Figura 30. Sistema Cu-Sn	51
Figura 31. Región rica en Cu de los diagramas Cu-Zn, Cu-Al y Cu-Sn. Se observa que las tres fases β (regiones sombreadas) se forman para el mismo valor de e/a (25).....	52
Figura 32. Diagrama Au-Al.	53
Figura 33. Capacidad del oro para formar compuestos	54
Figura 34. Solubilidad en estado sólido de los elementos de transición en el oro.....	55
Figura 35. Diagrama Cu-Mn	57
Figura 36. Diagrama Cu-Mn (ASM) 1996	59
Figura 37. Proyección de la temperatura de liquidus del sistema Cu-Mn-Zn.....	62
Figura 38. Diagrama de Equilibrio Cu-Mn-Zn a temperatura ambiente.....	63
Figura 39. Evaluación de las características superficiales	69
Figura 40. Relación entre Ra y L en estado fundido y tratada térmicamente	73
Figura 41. Relación entre YI y Ra en estado fundido y tratada térmicamente	74
Figura 42. Microestructura del Oro blanco elaborado con la liga C ₁	80
Figura 43. SEM Oro Blanco elaborado con la liga C ₁	81
Figura 44. Composición química de las fases presentes.....	82
Figura 45. Imágenes obtenidas del TEM	83
Figura 46. SEM Oro Blanco elaborado con la liga C ₁ Tratada Térmicamente	87
Figura 47. Detalles de las fases	88
Figura 48. Imágenes TEM	89
Figura 49 a.b.c.d. Microestructura de la aleación de oro obtenida con liga NL ₂	91
Figura 50. Detalle de los precipitados encontrados en la microestructura de la aleación de oro.	92

Figura 51. Microestructura de la aleación de oro obtenida con liga NL ₂	93
Figura 52. Imágenes TEM	94
Figura 53. Microestructura de la aleación de Oro blanco al Mn – Oro 2 Tratada térmicamente	95
Figura 54. SEM Oro Blanco elaborado con la liga modificada.....	95
Figura 55. Imágenes de TEM	97
Figura 56. Microestructura óptica de la aleación Oro 3.....	99
Figura 57. Microestructura electrónica de la aleación Oro 3.....	100
Figura 58. Detalle de las fases.....	101
Figura 59. Imágenes tomadas en el TEM	102
Figura 60. Microestructura de la aleación Oro 3 tratada térmicamente.....	104
Figura 61. Imágenes SEM	105
Figura 62. Detalle de las fases.....	105
Figura 63. Difracción de Rayos X de las tres aleaciones de oro blanco al Mn elaboradas.....	108
Figura 64a. Termograma obtenido por DSC Oro blanco al Mn Oro 1 AC.....	111
Figura 64b. Termograma obtenido por DSC Oro blanco al Mn Oro 1 TT	112
Figura 64c. Termograma obtenido por DSC Oro blanco al Mn Oro 2 AC	112
Figura 64d. Termograma obtenido por DSC Oro blanco al Mn Oro 2 TT	113
Figura 64e. Termograma obtenido por DSC Oro blanco al Mn Oro 3 AC.....	114

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Composición química de las ligas utilizadas para fabricar Oro blanco de 750 milésimas.	7
Tabla 2. Contenido de Níquel calculado en el Oro blanco de 750 milésimas obtenido según la liga usada.....	8
Tabla 3. Características que se buscan en una aleación de Oro blanco	11
Tabla 4. Aleaciones de Oro coloreadas estandarizadas por la ISO 8654-1987(E)	15
Tabla 5. Aleaciones típicas de Oro blanco al Níquel	17
Tabla 6. Aleaciones de Oro blanco con Níquel y con Paladio	21
Tabla 7. Elementos Blanqueadores del Oro	24
Tabla 8. Efecto potencialmente blanqueador de algunos elementos en diferentes Concentraciones aleados con el oro (8).....	26
Tabla 9. Algunos elementos utilizados para fabricar Oro blanco. Indicaciones sobre su efecto blanqueador sobre la deformación.....	26
Tabla 10. Aleaciones de Oro blanco de 18 quilates al Cromo	29
Tabla 11. Composición química de las aleaciones diseñadas	29
Tabla 12. Aleaciones de oro blanco sin Níquel y sin paladio (11).....	30
Tabla 13. Tolerancia máxima recomendada en la medida del color en las diferentes categorías de aleaciones de Oro blanco.....	33
Tabla 14. Listado de equipos utilizados en el desarrollo de la investigación.	40
Tabla 15. Datos termo físicos de las aleaciones seleccionadas.	42
Tabla 16. Estructura de algunos compuestos electrónicos de aleaciones binarias de Au, Ag y Cu	52
Tabla 17. Compuestos intermetálicos o de valencia	54
Tabla 18. Formas alotrópicas del Manganeso	60
Tabla 19 Composición química promedio de la aleación de oro blanco obtenida a	

partir de la liga C ₁ Primera fusión % en peso.....	66
Tabla 20. Valores de los parámetros cromáticos del oro blanco obtenido	67
Tabla 21. Rugosidad de las aleaciones de oro blanco al Mn.....	72
Tabla 22. Valores de dureza de la aleación de oro blanco de 750 milésimas	74
Tabla 23. Datos de tracción – datos del oro	76
Tabla 24. Datos de la colabilidad en la aleación de oro blanco al Mn.....	77
Tabla 25. Tamaño de grano de las aleaciones de oro blanco al Mn.....	79
Tabla 26. Fases encontradas en las aleaciones de oro blanco al Mn.....	107

LISTA DE FOTOGRAFÍAS

	Pág.
Fotografía 1. Probetas utilizadas para realizar los moldes.	41
Fotografía 2. Detalle de las probetas de tracción utilizadas para el ensayo de tracción	76
Fotografía 3. Probeta de Colabilidad	77
Fotografía 4. Susceptibilidad al agrietamiento	78
Fotografía 5. Tamaño de grano de las aleaciones de oro blanco al Mn.....	79
Fotografía 6. Equipo DRX Marca Rigku/D/MAX IIIB.....	135
Fotografía 7. Cortador ultrasónico Marca Gatan.....	137
Fotografía 8. Montaje en cilindro de Pyrex y Disc Grinder.....	137
Fotografía 9. Disc Grinder.....	138
Fotografía 10. Pulidor Mecánico Dimple.....	139
Fotografía 11. Equipo para pulido iónico PIPS (Sistema de pulido iónico de Precisión.....	140
Fotografía 12. Microscopio Electrónico de Transmisión.....	141
Fotografía 13. Microdurómetro marca Zwick/Roell/ZHV.....	141
Fotografía 14. Probeta utilizada para los ensayos de tracción.....	142
Fotografía 15. Máquina universal Shimadzu/AG-I 250KN.....	142
Fotografía 16. DSC.....	142

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. PROCESO DE MOLDEO A CERA PERDIDA	123
ANEXO B. PLANOS DE LAS PROBETAS UTILIZADAS	127
ANEXO C. CARACTERIZACIÓN DE LAS ALEACIONES	131

RESUMEN

TITULO: Evaluación Cromática y Microestructural de una aleación de Oro Blanco al Mn en estado fundido y tratada térmicamente.

AUTORES: MONIKA GARCIA RAMIREZ⁴

PALABRAS CLAVES: Oro blanco al Mn, Microfundición, Índice de Amarillamiento, Elementos blanqueadores, SEM, TEM, DRX.

A partir de una aleación madre compuesta principalmente de cobre y manganeso, a la cual se le adicionaron elementos blanqueadores secundarios como: plata, hierro y estaño se fabricó inicialmente una aleación de oro blanco al Mn de alta calidad, que no tenga un efecto perjudicial sobre la salud humana, más económica que las aleaciones importadas actualmente y con temperatura de liquidus menor a 1100°C.

Esto se traduce en encontrar metales sustitutos para el níquel y el paladio que son los elementos blanqueadores tradicionales usados para tal fin. Se evaluó el efecto que ejerce cada uno de los elementos en su microestructura y la influencia que éstos ejercen sobre la calidad final del oro obtenido. Como resultado se verificó el poder blanqueador del Mn, y el efecto de las características superficiales y la rugosidad sobre la medida del color de la aleación fabricada. Igualmente se verificó que un tratamiento de homogenización aplicado a la aleación obtenida aumenta el YI del oro blanco, lo que disminuye las características cromáticas de la aleación de oro blanco al Mn.

Como resultado del análisis microestructural basado en la microscopía óptica, electrónica y de transmisión, se encontró que los elementos Mn, Zn, Al y Sb son propensos a la precipitación binodal y espinodal, además son susceptibles al fenómeno de endurecimiento por envejecimiento, en detrimento de las características mecánicas del oro blanco obtenido. Además como resultado de la investigación se propone una nueva aleación de oro blanco que cumple con los estándares internacionales, compuesta por los siguientes elementos: Au, Cu, Mn, Zn, Sb, Ag y Sn.

4

Estudiante de Posgrado Facultad de Ingenierías Físico Químicas, Maestría en Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.

ABSTRACT

TITLE: WHITE GOLD Mn ALLOY, AS CAST AND HOMOGENIZATION TREATMENT

AUTORES: GARCIA R. MONIKA⁵

PALABRAS CLAVES: White Gold Mn Alloy, Investment Casting, Yellowness Index, Bleaching elements, SEM, TEM, DRX, DSC.

Starting with a base alloy basically compound of cooper and manganese, which were added secondary bleaching elements like: silver, iron and tin, first was made a high quality white gold Mn alloy, without a harmful effect over human health, cheaper than imported alloys with liquid temperature less than 1100°C.

This results in finding substitute metals for nickel and palladium, which are the traditional bleaching elements used. It was evaluated the effect shown by each one of the elements on their microestructure and the influence of these elements apply over the final quality on the obtained gold. As a result, it was verified the bleaching power of manganese and the effect on the superficial characteristics and the roughness over the color measure of the made alloy. Also, it was verified that a homogenization treatment apply to the obtained alloy increase the YI of the white gold, which decrease the chromatic characteristics of the White Gold Mn alloy.

INTRODUCCIÓN

Durante mucho tiempo el hombre ha buscado un metal precioso cuyo color sea blanco y además brillante que pueda combinarse con otros metales y piedras preciosas ya sea por la gama cromática obtenida o por el reflejo en la superficie brillante del metal que provoca un incremento en el tamaño aparente de la gema. Es por esto que las joyas más grandes con los brillantes más valiosos suelen montarse sobre metal blanco, es decir, sobre "Oro blanco". Generalmente el metal preferido para este tipo de joyería es el platino pero por su elevado valor y escasez, ha obligado a los grandes comerciantes a buscar una alternativa. Desde hace años se han utilizado aleaciones de oro con níquel y zinc, plata o platino en proporciones tales que el color amarillo característico del oro se torne blanco. La industria, sin embargo, comercializa diferentes aleaciones como oro blanco compuestas por oro amarillo y alguna variante del platino como el paladio, rodio, osmio, iridio y platino. De esta manera, se obtiene una aleación de metales preciosos con color blanco y brillante, con la dureza y facilidad suficiente para ser trabajado. El oro blanco es mucho más popular que el oro amarillo. Esto se debe a su vistoso y delicado color. Hay una gran cantidad de joyería forjada en oro blanco pero los más comunes son los anillos, ya sean grabados, con detalles tallados o incluso con alguna piedra preciosa. Estos últimos son los más pedidos, ya que el reflejo de la piedra en el metal produce una ilusión óptica que aumenta el tamaño de la piedra. Actualmente, existen a nivel mundial en la industria de la joyería dos tipos principales de aleaciones de oro blanco; una con paladio y otra con níquel, con contenidos de oro de 18, 14 y 10 quilates.

El níquel se ha usado desde hace mucho tiempo, tanto en joyería de metales preciosos como en la de no preciosos. Se usa como elemento de aleación en la

producción de joyas de oro blanco como blanqueador y endurecedor, en un rango de composición que varía entre el 1 y 15%. Su uso, sin embargo, representa un gran inconveniente debido a la reacción alérgica que produce en las personas que usan artículos de decoración en contacto con la piel. Hoy en día su uso se está reglamentando por la Directiva Europea UNE-UN 1811, porque la joya al entrar en contacto prologando con la piel, causa una gran variedad de reacciones alérgicas que van desde una pequeña irritación hasta un eczema severo. Por esta razón, se intenta elaborar aleaciones que reduzcan las probabilidades de irritación y erupción en la piel. Por otra parte, el paladio es un elemento cuyo suministro está determinado por un mercado que depende de la oferta de Rusia que exporta el 76% de este elemento en el mercado; además ha aumentado significativamente su costo, haciendo cada vez más difícil su implementación en la microempresa y los talleres de Bucaramanga.

El oro blanco de 750 milésimas indica que el 75% está constituido por oro y el 25% restante está formado por el(os) elementos blanqueadores y otros, que tienen objetivos específicos que cumplir. Estos sistemas de aleación están compuestos generalmente por más de cuatro elementos lo que los hace muy complejos. La literatura especializada en el tema indica, los posibles elementos que podrían blanquear el oro; ellos son: el Cr, Mn y Fe. Estos tres elementos de transición tienen propiedades comunes por su vecindad en la tabla periódica y suman con el oro soluciones sólidas, amplias a bajas temperaturas, por esta razón, existe la posibilidad de que estos elementos, puedan formar aleaciones de oro blanco. Sin embargo, no se conocen aleaciones con Cr y/o Fe de oro blanco que estén comercializadas, lo cual dificulta la información disponible para su estudio, a nivel de composición química, propiedades metalúrgicas, físicas, y de fases presentes, las que influyen en la calidad del oro blanco.

Por lo tanto, esta investigación está encaminada a realizar la evaluación cromática y la caracterización microestructural de una nueva aleación de oro blanco de 750 milésimas elaborada a partir de una liga con elementos blanqueadores diferentes a los tradicionales; níquel y paladio. Se busca establecer el poder blanqueador del manganeso y su influencia en las características físicas, químicas, metalúrgicas, lo cual permitirá determinar la calidad de la aleación diseñada de Oro blanco de 750 milésimas de grado Premio, con las especificaciones esperadas por el gremio joyero para su trabajo por el proceso de microfusión.

El desarrollo del trabajo de investigación planteado, se enmarca dentro del proyecto *“Contribución al Estudio de la Fabricación del Oro blanco de 750 Milésimas a partir de Ligas sin Níquel y sin Paladio”*, el cual está encaminado hacia la propuesta del diseño de una nueva aleación de Oro blanco. Con objetivos como éste se está trabajando dentro del marco de la Política Nacional de Apoyo a la Cadena Productiva de la Industria de la Joyería, Metales, Piedras Preciosas y Bisutería en Colombia, en el desarrollo tecnológico, económico y social de la región¹.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

- Evaluar las propiedades cromáticas y caracterizar microestructuralmente una aleación de Oro blanco al Mn, mediante la técnica CIELAB y mediante microscopia óptica y electrónica para determinar su grado de calidad según la norma ASTM D1925.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Obtener una aleación de Oro blanco al Mn de Calidad Premio por el método de microfusión, a partir de una liga previamente fabricada con elementos blanqueadores diferentes al Níquel y al Paladio.

Evaluar los efectos microestructurales que ejercen los elementos que constituyen la aleación de Oro blanco al Mn a partir de los diagramas de fase binarios y ternarios para establecer su influencia en la calidad del Oro blanco producido.

Determinar la presencia de las transformaciones de fase y/o precipitación estructural de las fases presentes en la aleación de Oro blanco al Mn por medio de técnicas de análisis térmico.

Establecer el efecto del tratamiento térmico sobre la calidad del Oro blanco al Mn producido mediante el Índice de Amarillamiento (YI).

1. JUSTIFICACIÓN

El problema que se aborda en esta investigación se relaciona con la urgente necesidad de la industria joyera colombiana de estudiar y desarrollar una nueva aleación de oro blanco, que permita aumentar tanto el nivel tecnológico de las operaciones como el valor agregado de los productos. La nueva aleación de oro blanco que se pondrá a consideración del sector productivo no contendrá níquel ni paladio, elementos que normalmente contienen las

ligas que actualmente se están importando. El proyecto busca a partir de metales considerados industriales y de fácil consecución en el país, el diseño y obtención de una nueva aleación de oro blanco. Se pretende entonces evitar que se siga importando ligas provenientes de Europa, con un costo elevado para la obtención de la aleación de oro blanco que se comercializa en gran escala en la región de Santander y en general en Colombia.

No es un secreto que el desarrollo exportador de una economía trae consigo un incremento en los niveles de ingreso de sus habitantes, y por ende, el aumento en su calidad de vida. De allí la importancia que reviste para un país establecer nuevas estrategias para enfocar sus empresas hacia los mercados internacionales. El mercado mundial de la joyería oscila alrededor de los US \$ 72.000 millones al año y Colombia exporta cerca de US \$ 6.800 millones; es decir menos del 1% del mercado total.

Nuestro país no ha sabido aprovechar su riqueza en recursos y se ha desconectado de la dinámica de la economía mundial. Los mercados y el intercambio comercial se están desplazando a otros países y regiones y ello tiene su incidencia en nuestra economía. Para cerrar esta brecha se ha diseñado una Política Sectorial que va de la mano del sector privado, para la cadena minería-joyería con el fin de fortalecerla. Pero el éxito en el mercado no depende únicamente del interés y la motivación que hay al interior del sector, sino también de políticas de cooperación, capacitación, implementación de tecnología y negociaciones. Con base en estos antecedentes se deduce que los mayores problemas en la cadena productiva del Oro son las faltas de capacitación y tecnología adecuadas a las necesidades, en aspectos como la extracción de materia prima, el beneficio, la transformación, refinación y la comercialización del producto final².

Ante un hecho como la aprobación del Tratado de Libre Comercio con los Estados Unidos, se abren grandes posibilidades de intercambio comercial, y de ahí la necesidad de prepararse mediante el mejoramiento del conocimiento, en este caso el metalúrgico que permita identificar el comportamiento e influencia de los metales para mejorar el proceso de

microfundición para aumentar la productividad. Esto es fundamental, pues siendo Colombia un importante productor de metales preciosos, la mayoría del Oro sale en forma de lingotes al exterior sin ningún valor agregado. Se busca con la realización de esta investigación mejorar la competitividad de los talleres de joyería en el país, ahorrar divisas y terminar en parte la dependencia de la industria joyera.

² Cadena Productiva Minería-Joyería, Presente y Futuro, Módulo de Joyería Universidad de Antioquia, 2003

2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El Oro y el Cobre son los únicos metales que son coloreados. Todos los demás elementos son blancos o grisáceos. Las adiciones de otros elementos tienden a blanquear al Oro en gran o poca medida. Los principales metales utilizados para blanquear el Oro en las aleaciones de altos quilates (14-18), son el Ni y el Pd, mientras que la Plata se usa para las aleaciones de bajos quilates (10-9).

Las diferentes gamas de colores que se puede obtener con el Oro son actualmente objeto de gran número de investigaciones en todo el mundo, sin embargo, la demanda creciente, específicamente por el oro de color blanco, ha ocasionado la aparición de gran variedad de ligas importadas que no tiene en cuenta las normas internacionales vigentes que

limitan el contenido de níquel (UNE-UN 1811, UNE-UN 12472), como se puede apreciar en las tablas 1 y 2. El % de Ni en las aleaciones de oro blanco al Ni o al Pd-Ni se encuentra regido por la Directiva Europea del Ni. Sin embargo, en Colombia no se está cumpliendo con la Directiva Europea y se están importando ligas con alto contenido de Ni, como se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición química de las ligas utilizadas para fabricar Oro blanco de 750 milésimas.

Muestra	%Cu	%Ni	%Zn	%Fe	%Ag	Composición Total
Aloe	55.12	30.12	14.70	0.009	<0.001	99.95
United 880	56.68	28.61	14.50	0.06	0.002	99.85
United 907	39.92	38.30	19.78	0.01	0.001	98.01
Pro-gold	56.87	30.77	14.82	0.02	<0.001	102.42

Martínez. G. Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Metalúrgico UIS, Bucaramanga, 2003 (1)

Tabla 2. Contenido de Níquel calculado en el Oro blanco de 750 milésimas obtenido según la liga usada.

Liga	% Ni en la liga	% Ni en el Oro blanco de 750 milésimas
Aloe	30.12	7.53
United 880	28.61	7.15
United 907	38.30	9.58
Pro-gold	30.77	7.69

Martínez. G. Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Metalúrgico UIS, Bucaramanga, 2003 (3)

Como se puede apreciar en la tabla 2, el porcentaje de níquel en el oro blanco de 750 milésimas obtenido con las ligas indicadas es muy superior al establecido en las normas indicadas que aceptan como máximo un 0.05% de níquel. Ante esto, se indica, cómo se están importando ligas que además de ser costosas, no cumplen con la normatividad que para protección de la salud humana se encuentra en vigencia.

Desde hace algunos años se han concentrado los esfuerzos en reemplazar el níquel y el paladio como elementos blanqueadores principales del Oro. Se han realizado varias investigaciones con el fin de estudiar otros elementos que puedan ser usados para tal fin. Se han planteado diferentes sistemas de aleación empleando una variedad de elementos blanqueadores secundarios, lamentablemente sin éxito, ya que éstos ofrecen un pobre

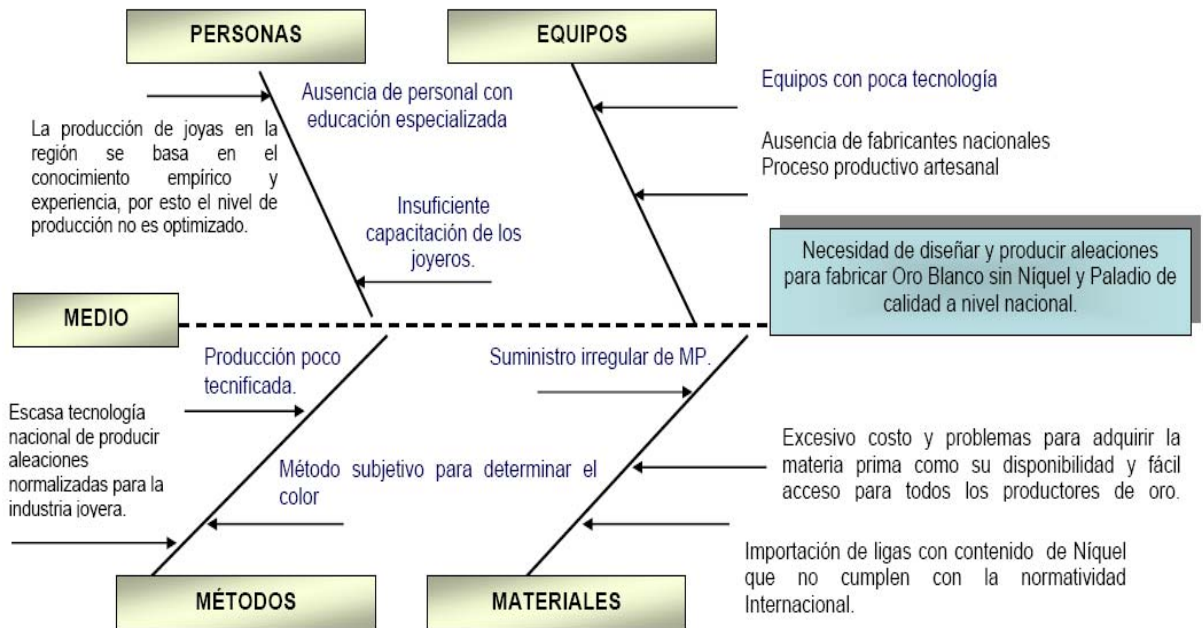
color blanco y/o poca trabajabilidad. Entre los elementos que al parecer darían resultados prometedores, están: el platino, hierro, manganeso, indio, cromo, aluminio, germanio, estaño y zinc. Las investigaciones aún continúan, sin embargo, falta mucho por investigar, y las aleaciones hasta ahora diseñadas presentan problemas, en especial, las relacionadas con el comportamiento, fragilidad y baja deformación.

El platino y el indio por pertenecer al grupo de los platinoides se descartan por su elevado costo, el uso del hierro debe ser estudiado a profundidad ya que al encontrarse en el sistema de aleación con el oro produce dos fases, lo que se traduce en problemas de endurecimiento y susceptibilidad a la corrosión. El uso del manganeso ofrece ventajas para el desarrollo de nuevas aleaciones, en combinación con otros elementos como el paladio o el platino que, proporcionan buenas propiedades a las aleaciones, como un bello color blanco y ductilidad. Otro elemento usualmente agregado al sistema principal Au-Ag-Cu es el Zn que tiene por efecto disminuir la temperatura del líquido y aumentar la colabilidad de la aleación.

En este momento hay muy poca información publicada con respecto a la constitución de estas aleaciones, ya que toda la información se maneja como secreto tecnológico, y se hace necesario caracterizar las propiedades cromáticas y determinar las fases de estos sistemas multicomponentes, esta situación hace necesario comenzar a desarrollar estudios tendientes a la determinación y naturaleza de las fases mediante estudios microestructurales que permitan determinar y caracterizar las fases presentes en el Oro blanco; establecer la influencia de éstas en el color y en sus características metalúrgicas, químicas, físicas y térmicas del mismo, que redunde en el conocimiento metalúrgico. Se detecta entonces, la urgente necesidad tecnológica nacional de producir aleaciones para la industria joyera, ya que la información que existe es muy limitada, protegida por patentes. La mayoría de las aleaciones de oro blanco contienen en su composición mínima cuatro elementos de aleación, los mecanismos de endurecimiento que se presentan en este tipo de aleaciones es muy complejo. Una manera de entenderlos es, identificando las fases responsables de estos efectos de endurecimiento realizando una caracterización microestructural.

La Figura 1 presenta un diagrama de causa-efecto en el cual se resaltan los aspectos específicos del problema que serán abordados en esta investigación.

Figura 1. Diagrama de causa–efecto



3. ALCANCES Y LIMITACIONES

La investigación contempla el análisis microestructural y cromático de las fases presentes en una aleación de oro blanco de 750 milésimas obtenida con elementos blanqueadores diferentes al níquel y al paladio y la influencia de tales elementos de aleación en las propiedades y color del oro blanco. De esta manera se puede establecer el tipo de tratamiento térmico necesario para obtener fases más estables y así mejorar sus propiedades de utilización. En primera instancia se partirá de un sistema de aleación o liga previamente elaborada basada en elementos diferentes a los tradicionalmente utilizados. La liga seleccionada aleada con el oro dará la aleación de oro blanco de 750 milésimas que debería cumplir con los siguientes parámetros:

Temperatura de fusión inferior a los 1100°C, con el propósito de disminuir su costo energético de fabricación.

Aleación con un costo menor a la importada.

De esta manera se espera obtener una aleación de Oro blanco que cumpla con las siguientes características específicas:

Tabla 3. Características que se buscan en una aleación de Oro blanco

Características principales	Restricciones conocidas
Buen color blanco y reflectividad	Bajo contenido de Cobre
Adecuada trabajabilidad en frío y un porcentaje de elongación \geq 25%	Contenido de Zn limitado
Adecuado para micro fusión	Metales no volátiles
Costo competitivo	No utilizar metales del grupo de los platinoides.
Buena resistencia a la corrosión (resistente al empañamiento)	Contenido restringido de Ag.

Tomado de: *Rotheram P, Eng Mim C, White Golds-Meeting the Demands of International Legislation*

3.1 FORMULACIÓN DE HIPÓTESIS

- a) El poder blanqueador del manganeso es superior al poder blanqueador del níquel o el paladio con adiciones de tan solo un 6% en peso obteniendo un oro blanco de alta calidad, es decir con un $YI < 19,00$, mientras que con el níquel o paladio se necesitan adiciones de por lo menos un 15% en peso.
- b) Un Tratamiento térmico de homogenización más un temple varía las coordenadas cromáticas de la aleación de Oro blanco al Mn disminuyendo su calidad cromática.

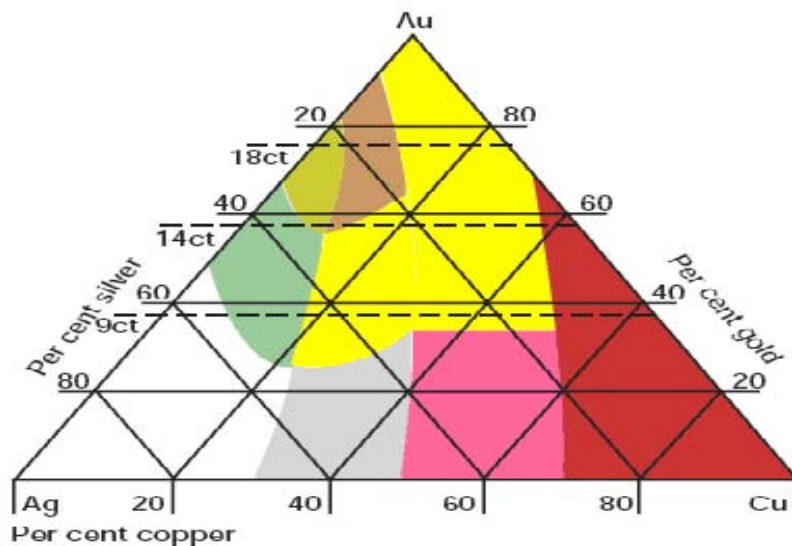
4. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

4.1 ALEACIONES DE ORO

Los principales metales que comúnmente se utilizan para modificar las propiedades del oro son el cobre y la plata. Tradicionalmente las aleaciones para fabricar joyas se dividen en dos categorías: Aleaciones de oro coloreadas y Aleaciones de oro blanco.

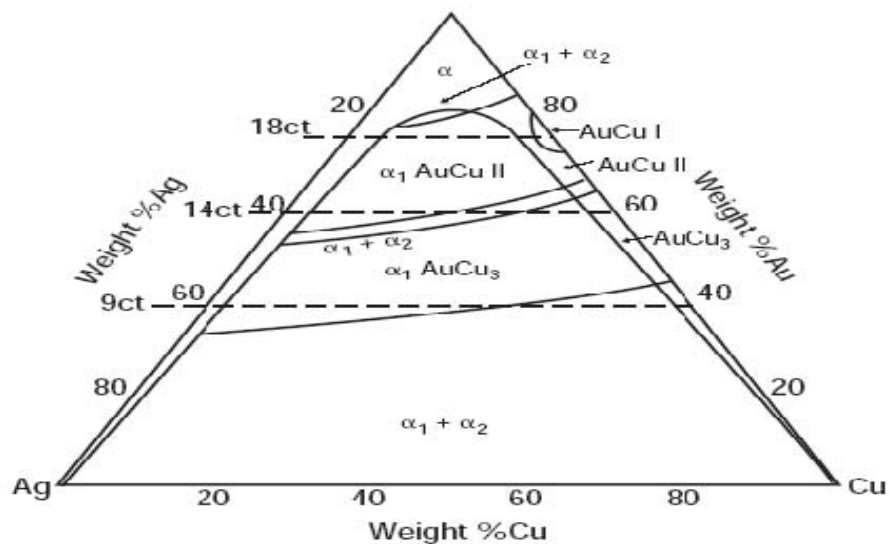
4.2 ALEACIONES DE ORO COLOREADAS

Las aleaciones de oro coloreadas se basan en el sistema ternario oro-cobre-plata. Figura 2 (4) Entre las más populares están las aleaciones de color amarillo, verdes y rojas. Sin embargo, dentro de esta categoría se encuentran otras aleaciones que tienen colores diferentes a los tradicionales, como el azul, el negro y el púrpura, aunque no han alcanzado el mismo desarrollo comercial.



"Phase diagrams of Ternary Gold Alloy de Prince A Reynor and Evans"

El sistema Au-Ag-Cu es muy conocido y sus principales características fueron establecidas hace varios años. La variación de color amarillo a rojo y verde, se obtiene con diferentes relaciones de Au:Ag:Cu. Si se aumenta el contenido de cobre se acentúa el color rojo y si se incrementa el porcentaje de plata se fortalece la tonalidad verde. A este sistema de aleaciones se le adiciona con frecuencia otros elementos de aleación para mejorar alguna característica específica, entre estos, se menciona el zinc. El zinc se agrega hasta un 15% en peso, para cambiar el color rojo de las aleaciones ricas en cobre a un color amarillo-rojizo o amarillo oscuro. Estas aleaciones se caracterizan por su alta deformación. Metalúrgicamente la adición de Zn modifica la extensión de la región de las fases α_1 y α_2 y también la fase ordenada AuCu. Esto afecta el endurecimiento por precipitación (envejecimiento), lo cual hace variar las propiedades de la aleación. La Figura 3 muestra las fases del sistema ternario Au-Ag-Cu a temperatura ambiente (6).



"Phase diagrams of Ternary Gold Alloy de Prince A Reynor and Evans"

Otro elemento que se adiciona a estas aleaciones es el cadmio en proporción hasta de un 4% en peso, para elaborar aleaciones de 18 quilates de color verde claro como la 75Au-23Cu-7Cd o verde oscuro como la aleación 75Au-15Ag-6Cu4Cd; sin embargo, el CdO es tóxico, irrita el sistema respiratorio y causa daño irreversible del riñón. Está clasificado por la International Agency for Research in Cáncer de USA como elemento cancerígeno. (7) La Tabla 4 relaciona las aleaciones de oro coloreadas estandarizadas por la ISO 8654 usadas en Europa, las cuales se referencian por un número seguido por la letra N. Se incluye la 8N que es una aleación de oro blanco al níquel, que tiene un pequeño componente amarillo.

Tabla 4. Aleaciones de Oro coloreadas estandarizadas por la ISO 8654-1987(E)

Referencia	Color	Composición Cu%					CIELab		
		Au	Ag	Cu	Zn	Ni	L*	a*	b*
0N	Verde-Amarillo	58,5	34	7,5			93,5	-4,7	21,8
1N	Amarillo Pálido	58,5	26	15,5			92,5	-1,5	22,3
2N	Amarillo Palido	75	16	9			90,7	-0,5	26,8
3N	Amarillo	75	12,5	12,5			89,3	2,5	24,5
4N	Rosado	75	9	16			88,2	4,9	22,2

5N	Rojo	75	4,5	20,5			86	7,4	19,4
8N	Blanco	59	24	-	7	10	85,5	-0,6	8,7

4.3 ALEACIONES DE ORO BLANCO

Las aleaciones de oro blanco que se usan en la industria de la joyería se basan en los sistemas de fases Au-Cu-Ni-Zn y Au-Pd-Ag. (Figuras 4 y 5) (4). En estos días el oro blanco es mucho más popular ya que es mucho más vistoso y delicado que el oro amarillo. Hay una gran cantidad de joyería forjada en oro blanco pero los más comunes son los anillos de oro blanco, ya sean grabados, con detalles tallados o incluso con alguna piedra preciosa. Estos últimos son los más pedidos ya que el reflejo de la piedra en el metal produce una ilusión óptica que aumenta el tamaño de la piedra.

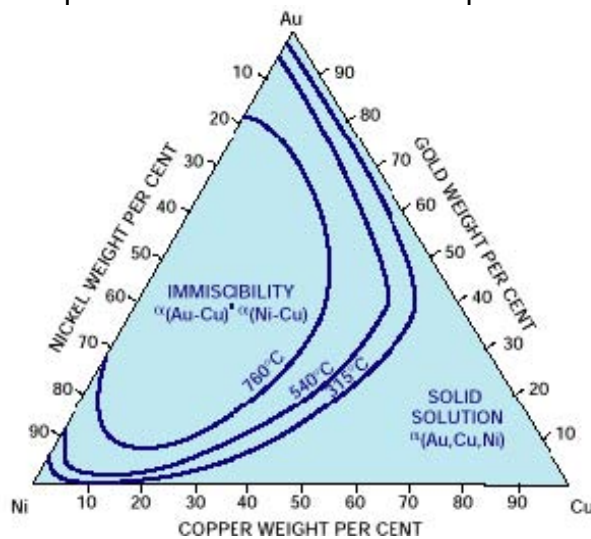
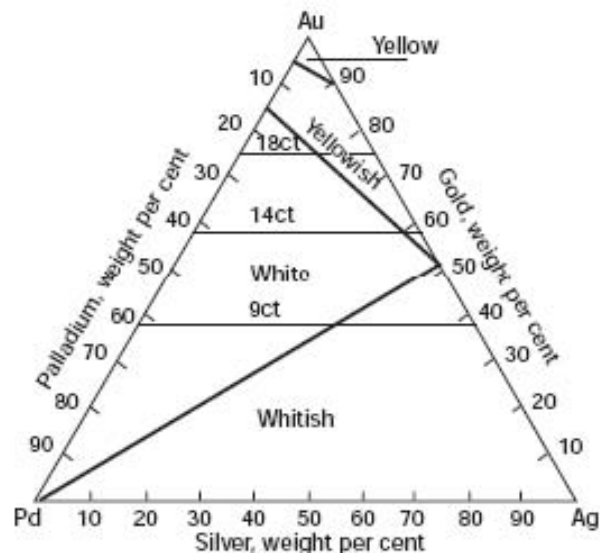


Figura 4. Sistema Au-Cu-Ni

Fuente: "Phase diagrams of Ternary Gold Alloy de Prince A Reynor and Evans

Figura 5. Sistema Au-Pd-Ag



Fuente: "Phase diagrams of Ternary Gold Alloy de Prince A Reynor and Evans

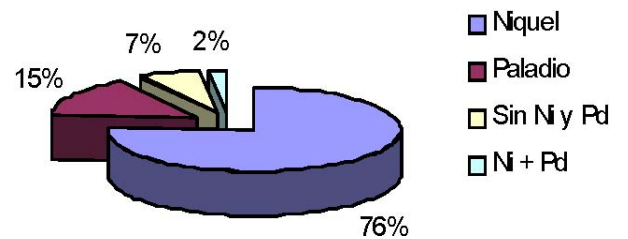
4.3.1 Clasificación de las aleaciones de oro blanco. Las aleaciones de oro blanco se clasifican en cinco grupos: Aleaciones de oro blanco con níquel, aleaciones de oro blanco con paladio, aleaciones de oro blanco con níquel y paladio, aleaciones de oro blanco sin níquel y sin paladio, aleaciones de oro blanco con paladio y platino. La Figura 6 muestra la distribución del mercado mundial de las aleaciones de oro blanco (8), en donde se aprecia la alta comercialización que tienen las aleaciones base níquel.

Figura 6. Aleaciones de Oro blanco y su participación en el mercado mundial.

- a) Aleaciones de oro blanco con níquel:** Es el más utilizado para la producción de joyas y las razones principales para utilizar esta aleación son: Bajo costo de los elementos, temperatura del líquido menor de 1000°C pero para las aleaciones de 18K y 4K, buenas características mecánicas, buen efecto blanqueador del níquel.

Como desventajas presentan: Dificultad para tener buen color y buena deformación, las aleaciones con un contenido de níquel entre el 9 y el 12%, tienen un buen color blanco. Solo se usan en el proceso de microfundición, las aleaciones con un contenido de níquel entre el 3,5 y el 5,0% tienen alta deformación pero necesitan una capa de rodio.

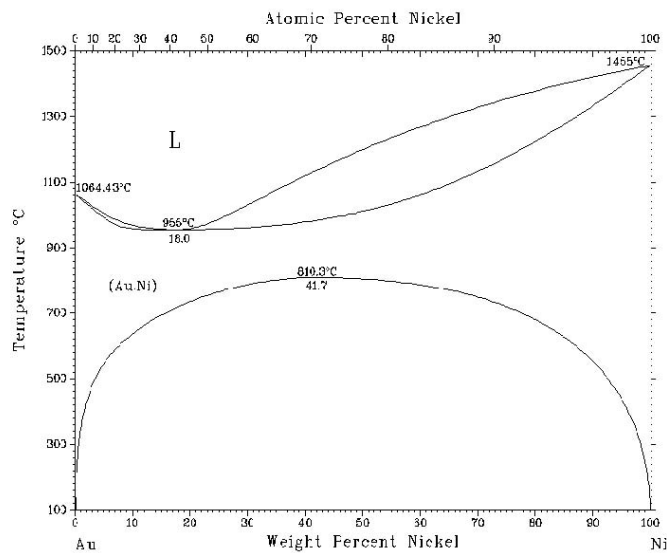
Tabla 5. Aleaciones típicas de Oro blanco al Níquel (9)



	Au%	Cu%	Ni%	Zn%	Dureza Hv	Temperatura de Liquido °C
18k	75	2,2	17,3	5,5	220	960
	75	8,5	13,5	3	200	995
	75	13	8,5	3,5	150	950
14k	58,5	22	12	7,4	150	995

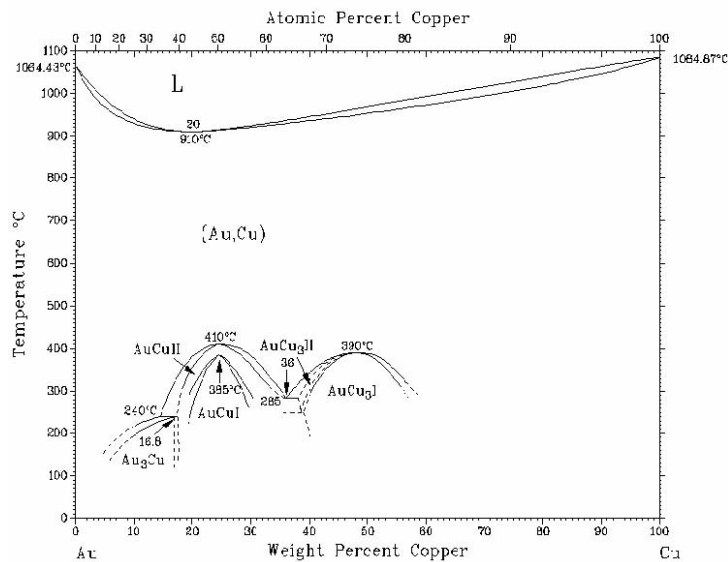
La base de estas aleaciones es el sistema Au-Cu-Ni, con la composición que se muestra en la tabla 5 y figura 4. Su comportamiento metalúrgico está influenciado por el sistema binario Au-Ni y Au-Cu. Figuras 7, 8 (10).

Figura 7. Diagrama Au-Ni



Fuente: ASM

Figura 8. Sistema binario Au-Cu



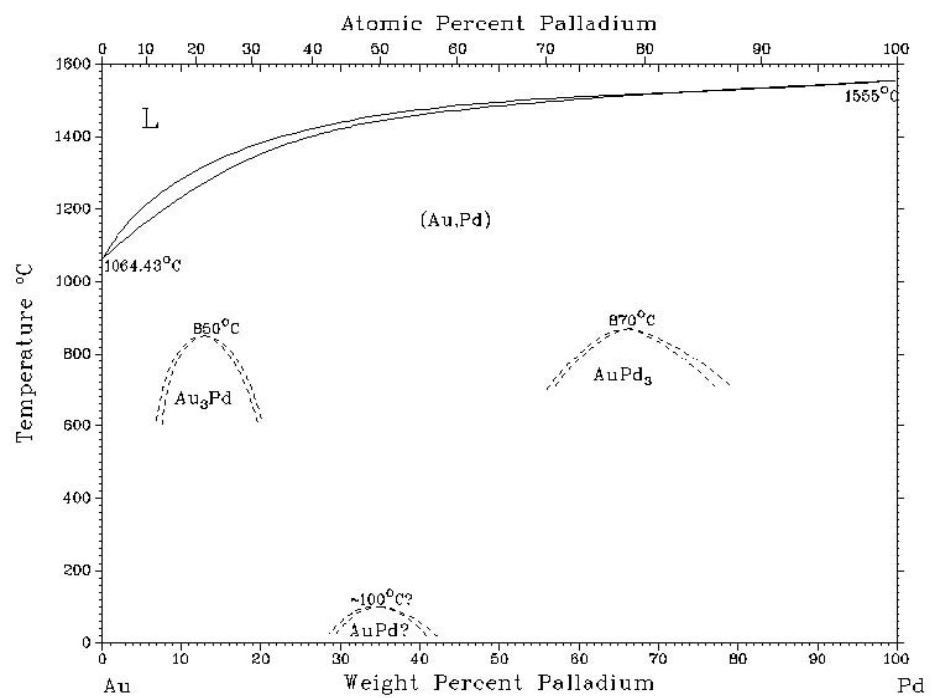
Fuente: ASM

b) Aleaciones de oro blanco con paladio: Estas aleaciones tienen un color blanco gris cálido y brillo lustroso que llama la atención, sus características favorables son: Alta resistencia a la corrosión, baja dureza lo que las hace muy apetecible para el engaste de gemas, no se forman óxidos insolubles durante la fusión, se pueden trabajar con los métodos tradicionales, Son las únicas aleaciones comercialmente disponibles con muy buen color sin contenido de níquel. Las desventajas que presentan son: Alto costo del paladio, Alto peso específico, Elevada temperatura del líquidos ($>1100^{\circ}\text{C}$). Esto las hace más susceptibles de reaccionar con el yeso.

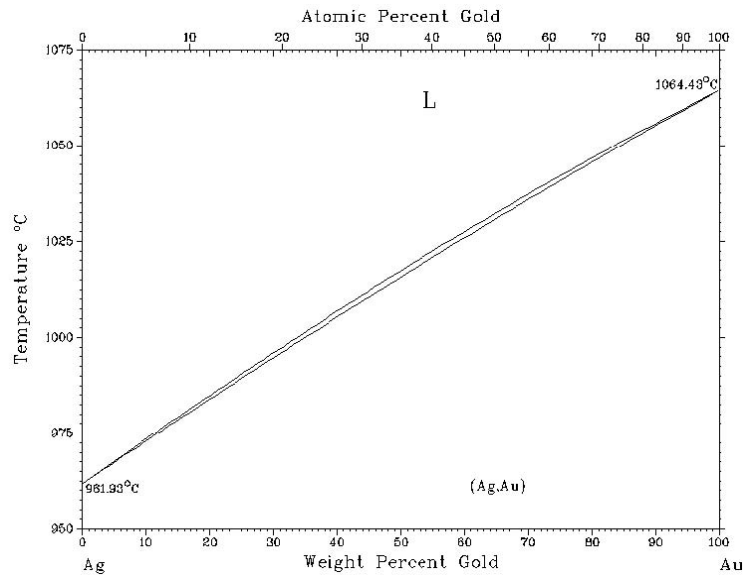
Estas aleaciones tienen como base el diagrama ternario Au-Pd-Ag, Figura 5 (4), y su comportamiento metalúrgico depende de las características de los sistemas binarios Au-Pd, Au-Ag y Pd-Ag, Figuras 9, 10 y 11 (10). Estos sistemas binarios presentan completa solubilidad en estado sólido, y no presentan formación de soluciones sólidas ordenadas. Obsèrvese que en el sistema binario Au-Pd un contenido de Paladio del 10% aumenta la temperatura del liquido a 1300°C , mientras que en el sistema Au-Ni para el mismo contenido de Níquel, la temperatura del líquido está en los alrededores de 970°C .

Según Poliero(8), se requiere entre un 10%Pd y un 13%Pd para obtener un buen color blanco en las aleaciones de oro blanco de 18 quilates; mientras que Faccenda, (11) sostiene que el color blanco más atractivo se obtiene con un contenido de paladio comprendido entre el 13% y el 20% Pd en las aleaciones de 18 quilates.

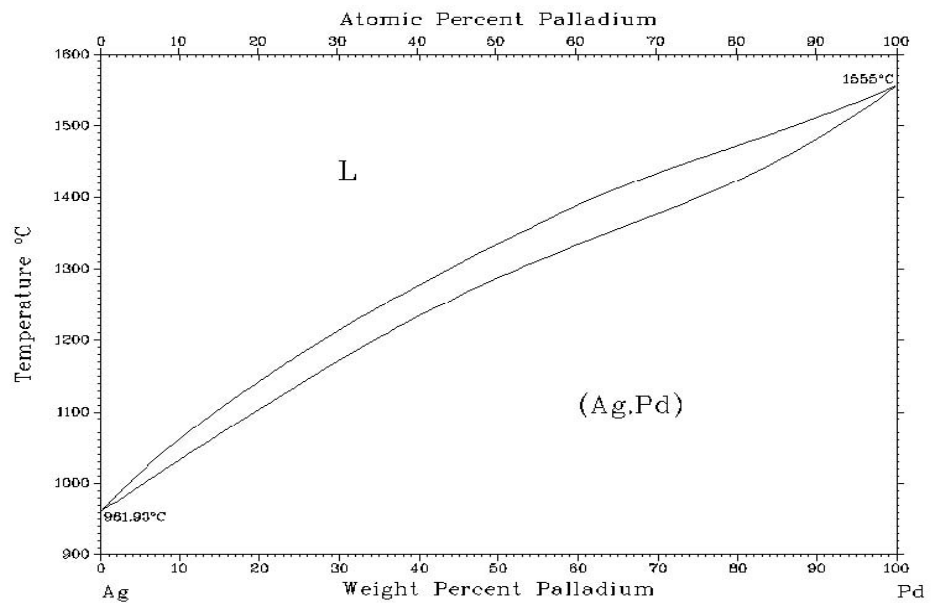
Figura 9. Sistema Au-Pd



Fuente: ASM



Fuente: ASM



Fuente: ASM

c) Aleaciones de oro blanco con níquel y paladio: Estas aleaciones representan un compromiso entre precio y calidad. El contenido de níquel normalmente varía entre el 0.9% y el 7% en las aleaciones de 18 quilates y más o menos 2.0% en las de 14 quilates para disminuir el paladio y mejorar el color y las características mecánicas. Composiciones típicas de estas aleaciones se relacionan en la Tabla 6.

Tabla 6. Aleaciones de Oro blanco con Níquel y con Paladio (11)

Composición química en milésimas						Temp de Fusión °C				
Au						Pd	Ni	Ag	Cu	Zn
750	50	59	110	31	-	-				
750	64	11	99	51	35	1040				
750	100	9	105	35	1	1150				
750	150	70	-	30	-	1150				
585	140	20	180	65	10	-				

Las siguientes son algunas de las razones que justifican la presencia del paladio en estas aleaciones: Disminuye la dureza de las piezas obtenidas por microfundición, disminuye la velocidad de difusión del Ni, mejora el color blanco (Croma igual a 10 sin aumentar la dureza), aumenta la resistencia a la corrosión. Las razones que justifican la presencia de níquel en estas aleaciones: Se mejora la ductilidad, aumenta la dureza, aumenta la resistencia a la corrosión, disminuye el tamaño del grano.

d) Aleaciones de oro blanco sin níquel y sin paladio: Actualmente, estas aleaciones están tomando fuerza pero aún están muy lejos de generar resultados satisfactorios en cuanto a la búsqueda de los sustitutos ideales del níquel y paladio. Ocupan el tercer lugar en comercialización en el mundo con un modesto 7%. Hasta ahora todos los sustitutos experimentados presentan problemas sustanciales como alta reactividad con el oxígeno, reaccionan con el grafito, baja ductilidad, etc. Hoy en día es una necesidad sentida de la industria de la joyería, diseñar una aleación de calidad que permita obtener oro blanco sin níquel y sin paladio. Sin embargo, existe la sensación de que se está aún muy lejos de obtener un sustituto satisfactorio que pueda reemplazar al níquel y al paladio. Hasta ahora, todas las aleaciones experimentadas presentan problemas sustanciales en su producción. Algunas reaccionan con el carbono del crisol, otras presentan alta reactividad con el oxígeno, alta dureza o baja capacidad de deformación (8). Aunque todos los metales a excepción del cobre y del oro, tienen un color blanco y/o gris, sólo pocos tienen la propiedad de blanquear al oro. Existe un gran interés en encontrar una aleación de oro

blanco totalmente libre de níquel, pero con propiedades adecuadas para su trabajo en joyería. En términos prácticos, debe ser lo suficientemente blanca que no necesite una capa de rodio. Estas condiciones limitan el número de elementos potencialmente aleantes alrededor de 20. Entre los elementos potencialmente blanqueadores del oro están:

Muestran buena solubilidad sólida con el oro al menos a altas temperaturas: Ag, Ni, Pd y Pt.

Solubilidad sólida limitada: Co, Cr, Fe.

Solubilidad sólida limitada y formación de fases intermedias: In, Al, Sn, Mn, Nb, Ta, Zn, Ti y V.

e) Aleaciones de oro blanco con paladio y platino: Escasa información se tiene de estas nuevas aleaciones de oro blanco. Fueron propuestas por el World Council Japan y la Japan Gold and Platinum Manufacture's Association para usarlas sin recubrimiento de rodio. Su color es más parecido al color del platino que al color blanco de las aleaciones de oro blanco con níquel rodinados. El mayor inconveniente que presentan estas aleaciones es su alto punto de fusión ($\pm 1400^{\circ}\text{C}$), que no permite colarlas en moldes de yeso.

4.4 EFECTO BLANQUEADOR DE LOS METALES EN EL ORO

En términos generales, todos los metales tienen un color blanco grisáceo a excepción del oro y el cobre, pero pocos de ellos tienen un buen efecto blanqueador sobre el oro. El color en las aleaciones de oro blanco con frecuencia compromete sus propiedades metalúrgicas. En el caso de las aleaciones con bajo níquel y bajo paladio presentan un color amarillo-café y tales aleaciones normalmente son electro plateadas con rodio y toman un excelente color blanco. Si el electro plateado es realizado de manera adecuada, la pieza de oro blanco debería mantener este color por muchos años. Existen varios elementos blanqueadores del Oro que pueden llegar a reemplazar en algún grado el efecto del Níquel, entre ellos están: Ag, Pd, Pt, Co, Cr, In, Sn, Zn, Al, Ti, V, Ta, Nb, Fe y Mn. Un resumen de los resultados y las comparaciones de las propiedades obtenidas con varios metales se muestra en la siguiente tabla: ^(1314,15)

Tabla 7. Elementos Blanqueadores del Oro ⁽¹⁵⁾

Elemento	Efecto Blanqueador	Otras características
Ag	Insuficiente	En altas concentraciones incrementa la susceptibilidad a empañarse.
Pd	Muy bueno	Muy costoso, alto punto de fusión (1552°C)
Pt	Muy bueno pero menor que el Pd	Muy costoso, alto punto de fusión (1769°C)
Co Cr Ni	Débil Bueno Muy bueno	Alergénico, ferromagnético Incrementa el punto de fusión, alta reactividad. Alergénico.
In Sn Zn	Bastante bueno	En altas proporciones produce alta dureza y baja trabajabilidad. Altas proporciones de Zn causan problemas de reciclaje.
Al Ti	Débil	Baja trabajabilidad con pequeñas adiciones.
V	Débil	Tóxico, poca trabajabilidad en frío y muestra alta reactividad, difícil implementación.
Ta Nb	Débil	Alta actividad, difícil implementación.
Fe	Bueno	Baja solubilidad en el Oro, da carácter ferromagnético a la aleación e incrementa la susceptibilidad a la corrosión, en proporciones sobre el 10% causa excesiva dureza, baja trabajabilidad u oxidación durante la microfusión.
Mn	Bueno	Alta reactividad y tendencia a la formación de óxidos, proporciones > 10% dificultan su aplicación, estos problemas se reducen al combinarlo con Pd.

Además del efecto blanqueador, son características importantes la facilidad de trabajo del metal, la solubilidad, la reactividad, toxicidad y costos que ellos causan en la aleación, para considerarlos como metales adecuados para el sector joyero. Por costos el Pt y el Pd son excluidos, lo dos elementos más interesantes serían el Mn y el Fe. En el caso de las aleaciones de 18 quilates que contienen al menos un 10%Pd, la adición de 2 a un 5% de Fe proporciona buenas propiedades mecánicas y color; en aleaciones de bajo grado de pureza, la adición de importantes cantidades de Fe trae consigo muchos problemas. Con respecto al Mn hay muy poca información en la literatura, O'Connor G.⁽¹⁶⁾ descarta su uso debido a su débil efecto blanqueador y a su tendencia a formar óxidos. Sin embargo, de acuerdo con otras investigaciones, el Mn proporciona buenas propiedades y color en compañía del Pd para las aleaciones de 18 y 14 quilates. La adición de Zn mejora la fluidez de la aleación y proporciona buenos resultados, pero a altas concentraciones provoca pérdida de ductilidad y problemas para su reutilización.

MacCormack y Bowers⁽¹⁷⁾ han estudiado diferentes sistemas de aleación, al menos 206 combinaciones en búsqueda de los elementos sustitutos del níquel y el paladio, pero sin mucho éxito. Entre los que muestran algún efecto blanqueador están: platino, hierro,

manganeso e indio. El platino se descarta por elevado costo, el hierro ha sido estudiado pero sin ningún resultado, ya que se necesita gran cantidad de paladio para mantener la trabajabilidad y color de la aleación, particularmente en bajos quilates. El indio en pequeñas cantidades, cerca del 23% es usado como un elemento blanqueador secundario, pero en presencia de paladio. Ofrece una baja temperatura de fusión y ayuda a reducir el punto de fusión de las aleaciones con paladio. Las aleaciones con alto contenido de indio son muy difíciles de trabajar y son muy duras. El contenido de indio en las aleaciones de 18 quilates varía entre 2.5 a 7.5% reduciendo la ductilidad (medida como % de elongación) del 30% al 5%. El uso del manganeso como elemento blanqueador es bien conocido, pero necesita al menos de un 5% de paladio para suministrar buen color, estas aleaciones son suaves y blancas. Aunque pueden sufrir problemas de resistencia a la corrosión y formación de óxidos. Altos contenidos de manganeso la hacen susceptible al agrietamiento y reaccionar con los crisoles de grafito usados para la fusión.

Las tablas 8 (8) y 9 (18,11,19), muestran algunos elementos potencialmente blanqueadores del oro en aleaciones binarias. Obsérvese que a excepción del titanio, las aleaciones de oro con todos los elementos indicados, tienen una adecuada deformación cuando su contenido en la aleación es pequeño (5% atómico), ver tabla 8. A esta concentración los elementos que producen un mayor efecto blanqueador son el estaño, indio y níquel. En la misma tabla, si se observa la columna en donde se indica la concentración del elemento de aleación que corresponde a la solubilidad a la temperatura de temple, se aprecia que el manganeso, el zinc, y la plata tienen un efecto blanqueador intermedio e imparten a la aleación una alta deformación en frío. Existe una buena correlación entre las Tablas 8 y 9 en cuanto al efecto blanqueador de los elementos indicados, sin embargo, con relación a la acción sobre la aptitud a la deformación en frío, se observa divergencia sobre la acción del hierro, el manganeso y el zinc.

Tabla 8. Efecto potencialmente blanqueador de algunos elementos en diferentes concentraciones aleados con el Oro.(8)

Elemento	Baja concentración 5% atómico		Concentración media (solubilidad a la temperatura de temple) o a 25%			
	Efecto blanqueador	Dureza después del temple HV	Concentración nominal en % en peso	Efecto blanqueador	Dureza después del temple en HV	Deformación en frío
Ag	Ninguno	24	25,0	Moderado	34	Excelente
Al	Ninguno	38	1,5	Muy poco	-	-
Co	Ninguno	52	1,6	Ninguno	52	Excelente
Cr	Poco visible	40	13,0	Total	177	Se reduce notoriamente
Fe	Poco visible	39	16,0	Casi total	119	Buena
In	Muy tenue	35	5,5	Intermedio	133	Se reduce notoriamente
Mn	Ninguno	38	9,0	Intermedio	38	Excelente
Nb	Ninguno	50	-	-	-	-
Ni	Muy tenue	44	14,0	Casi total	254	Excelente
Pd	Ninguno	30	25,0	Total	100	Excelente
Sn	Visible	43	5,0	Intermedio	74	Frágil
Ta	Poco visible	28	7,4	Poco visible	28	Excelente
Ti	Poco visible	164	1,3	Poco visible	164	Frágil
V	Poco visible	54	25,0	Alto	185	Frágil
Zn	Ninguno	34	6,3	Intermedio	122	Buena

Tabla 9. Algunos elementos utilizados para fabricar Oro blanco. Indicaciones sobre su efecto blanqueador sobre la deformación de la aleación.(18,11,19)

Elemento	Efecto blanqueador	Efecto sobre la Deformación	Comentarios En altas proporciones causa:
Ag	Moderado	Excelente	Empañamiento. Blanquea aleaciones de bajo quilate.
Cu	Color muy rojo	Mejora la aptitud al trabajo	Se usa con un contenido mayor al 3%
Co	Muy poco blanqueador al 1.5%	Excelente	Alérgeno. Aumenta la dureza y la temperatura del líquido.
Cr	Muy buen blanqueador al 13%	La reduce notoriamente	Aumenta la temperatura del líquido por encima de 1100°C.
Fe	Al 16% la aleación es casi blanca.	Aceptable	Baja resistencia a la corrosión. Superior al 10% aumenta la dureza. Muy oxidable.
In	Moderado al 5,5%	Se reduce	Baja dureza. Por debajo de 2% no tiene efecto blanqueador.
Sn	Moderado al 5,0%	La reduce ostensiblemente	Fragiliza la aleación.
Zn	Efecto moderado al 6.0%	Se fragiliza por encima de 6.0%	Volátil. Aumenta la tendencia a la rotura en caliente. Se recomienda su uso ≤ 2.0%
Al	Ligero efecto al 1,5%	Se reduce en alto grado	Formador de óxido
Mn	Ninguno al 1,5%	Se reduce	Formador de óxido. Superior al 10% tiene fuerte efecto blanqueador. Muy reactivo.
Pt	Efecto blanqueador similar al Pd	-	Muy costoso
Ti	Imperceptible al 1,3%	Se reduce notoriamente	Formador de óxido.

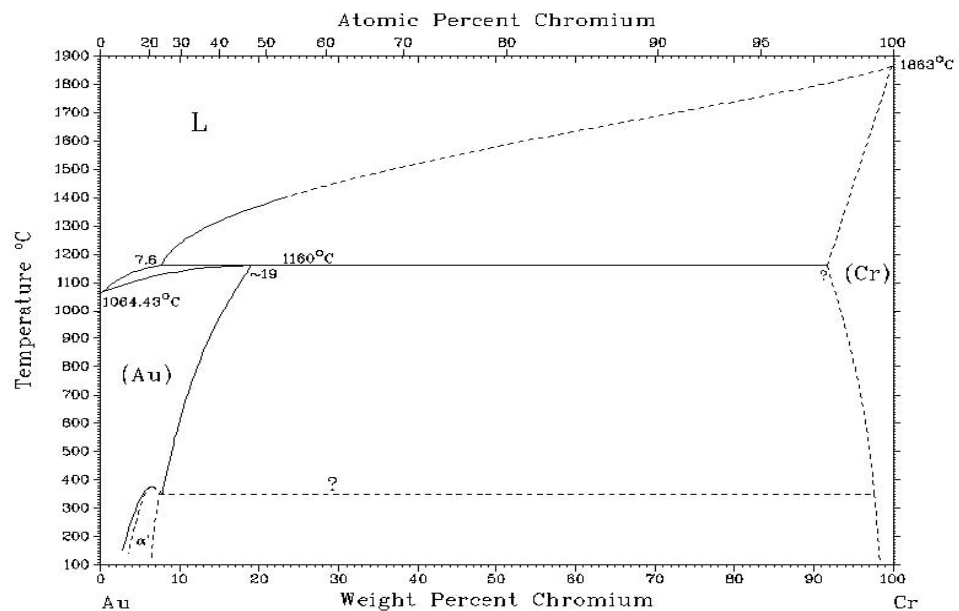
Hace aproximadamente 40 años comenzaron los esfuerzos de investigadores y productores para encontrar elementos blanqueadores que pudieran reemplazar el níquel y el paladio como elementos blanqueadores primarios en las aleaciones de oro blanco. Durante más de 20 años se desarrollaron proyectos en los cuales se estudiaron más de 103 elementos de la tabla periódica y la gran mayoría fueron rechazados por sus pobres resultados a excepción de doce que mostraron algunas posibilidades. Con estos 12 elementos se fabricaron alrededor de sesenta aleaciones con un comportamiento, en su gran mayoría poco favorable, razón por la cual fueron rechazados (9).

En 1978 O'Connor (15) publicó una lista de quince elementos potencialmente blanqueadores que podrían reemplazar al Níquel. Ellos son: Ag, Pd, Pt, Co, Cr, In, Sn, Zn, Al, Ti, V, Ta, Nb, Fe y Mn, y los clasificó de acuerdo con su poder blanqueador, en tres categorías: el Pt, Pd, Fe y el Cr fuertes blanqueadores. La Ag y el Zn blanqueadores moderados y los restantes, los clasificó como elementos de bajo poder blanqueador. No hizo ninguna observación en particular acerca del comportamiento del Mn. En 1981, aparece el trabajo de Mac Cormack y Bowers

(20) en el cual concluyeron que la capacidad blanqueadora del Fe lo situaba en segundo lugar después del Ni pero delante del Pd. Posteriores estudios de aleaciones de Oro blanco de 14 quilates entre los cuales se encontraba la aleación 18%Fe, 15.2%Cu y 8.6%Pd presentaron deficiencias al presentar un color gris oscuro, alta dureza (232 Hv) y pérdida por oxidación elevada. Utilizando el Paladio como primer blanqueador en aleaciones de fórmula 18%Pd, 12%Cu y 12%Fe también mostraron características mediocres. Finalmente ensayaron aleaciones de 14 quilates disminuyendo notoriamente el Fe, según fórmula 16.7%Pd, 20.9%Cu y 4.2%Fe, y los resultados, también fueron mediocres. (18).

El otro elemento considerado por O'Connor con una alta capacidad blanqueadora fue el cromo. Fisher-Bühner (21) estudió cuatro aleaciones de 18 quilates para evaluar sus características. (tabla 9). Según Fisher-Bühner el color obtenido por las aleaciones fue muy cercano al del Pt y el comportamiento a la corrosión en estado de colada, recocida y

envejecida, valorada con saliva y sudor artificial fue excelente. La difusión del ión Cr fue muy bajo. Sin embargo se indican tres inconvenientes: Aumenta la temperatura del líquido, ver figura 12 (Sistema Au-Cr) Reacciona con el carbono de los crisoles de grafito, forma una capa de óxido sobre la superficie de las piezas, que no puede ser removida por los métodos tradicionales de limpieza de pulido. Como características positivas; excelente resistencia a la corrosión y buen color blanco.



Fuente: ASM

Finalmente Fisher-Bühner clasifica estas aleaciones como resistentes pero dúctiles con tendencia a la fragilidad, si no se les efectúa un tratamiento térmico adecuado. No menciona el tratamiento térmico. Las adiciones de Pd y la relación Ag/Cu según Fisher-Bühner, pueden mejorar el color y sus propiedades mecánicas.

A pesar de que O'Connor no considera al Mn como efectivo blanqueador del oro y lo rechaza por su alta reactividad química Bagnoud (19), Poliero (8), Rotheram (9), le otorgan un efecto blanqueador muy bueno y recomiendan su uso en unión con el paladio. Consideran que el contenido del Pd en la aleación debería ser igual o superior a 5,0%

(≥5.0%Pd) y la suma del contenido de manganeso y el paladio en la aleación igual o mayor del 15.0% (%Pd+%Mn≥15.0%). Cuando esto se cumple, se obtienen aleaciones de oro blanco de 14k y 18k con muy buenas características. Por otra parte, sostiene Bagnoud, ninguno de estos elementos mencionados como blanqueadores tiene la capacidad de reemplazar al Níquel.

Tabla 10. Aleaciones de Oro blanco de 18 quilates al Cromo (21)

Cr	Composición química						Def 75%	Dureza Hv		Enfriado en horno	Intervalo de Fusión
	Color										
Tipo Pd	13.9	4.6	6.5	2 a	11	155	185	160	195	960-1000 °C	
	Cu -	Ag	Cr L 83		b c 11	Fundida 290	301/800 Temp en H ₂ O	301/900°C Temp en H ₂ O			
Pd3Cr	153	-	82	2	8.5	165	300	180	170	200	970-1025
			82		9						
Pd6Cr	-6	9	10	0.2	7 7	170	275	190	160	185	1140-1200
Pd6Cr	96	-	10	0.7	6.8	160	300	190	180	210	1020-1140
			82		7						

Dabalá et al (22) de acuerdo con este criterio diseñaron aleaciones de oro blanco sin níquel y de bajo níquel de 18 k para analizar sus características físicas, y mecánicas, ver Tabla 11.

Tabla 11. Composición química de las aleaciones diseñadas (22)

Referencia	Ag%	Pd%	Cu%	Ni%	Zn%	Fe%	Mn%	Cr%
0B1	10	5	-	-	1	-	9	-
0B5	14	5	-	-	-	6	-	-
0B11	-	2	10	-	5	-	8	-
0B18	-	-	14	5	3	-	-	2
0B19	-	-	16	3	3	-	-	2
0B20	14	4	-	-	2	5	-	-

Las aleaciones 0B18 y 0B19 tienen un contenido de Ni que respeta los criterios de la Directiva Europea del Níquel EN1811 para evitar la reacción alérgica. Todas las aleaciones mostraron un buen color blanco y no requirieron rodinado. El paladio en las aleaciones 0B1, 0B5, 0B11 y la 0B20 se adicionó para obtener un color blanco

satisfactorio ante la ausencia del níquel. Prometedores resultados se obtuvieron en las aleaciones con pequeñas cantidades de Ni y Cr juntos. Las características mecánicas y físicas requeridas por los productores de joyas se alcanzaron. Solo tienen una desventaja, el alto punto de fusión de todas las aleaciones (>1100°C). Finalmente, Fachenda (11) recomienda utilizar el paladio como blanqueador primario y adicionar manganeso y hierro como blanqueadores secundarios, con el fin de reducir el porcentaje de paladio en el oro blanco y así disminuir el costo. Poca información se tiene sobre la obtención de aleaciones de oro blanco sin níquel y sin paladio. Fachenda (11) transcribe la Tabla 12, sin indicar la fuente, en donde se relacionan tres aleaciones de oro blanco utilizando el manganeso como blanqueador primario y la plata como elemento blanqueador secundario.

Tabla 12. Aleaciones de Oro blanco sin Níquel y sin Paladio (11)

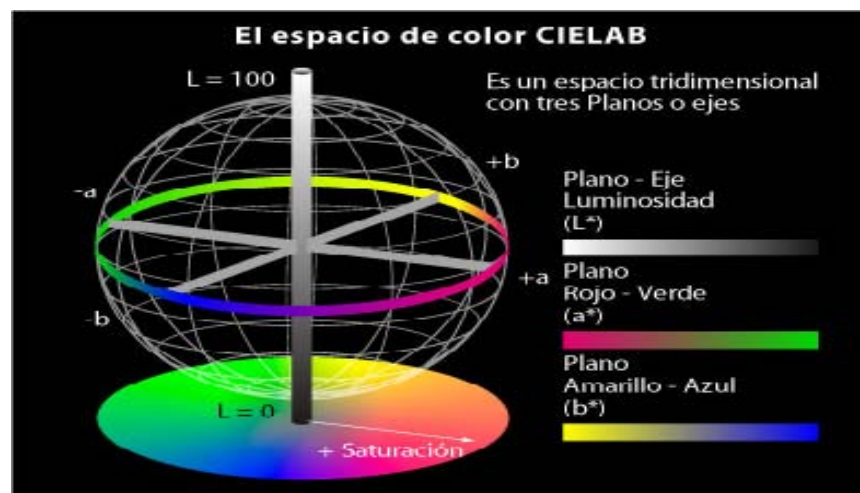
Composición química						Temperatura de fusión °C	Dureza Vickers			A%				
Au	Ag						Cu			Mn	Zn	Si	Recocida	Envejecida
751	136	-	85	-	-	940-980	120	-	45					
782	116	26	63	13	-	-	115	-	-					
588	327.5	-	60	-	-	880-970	100	-	-					

La anotación de Fachenda termina refiriéndose a estas aleaciones, subrayando que aunque son de menor costo que las aleaciones de oro blanco con níquel y paladio, son más difíciles de elaborar por las características metalúrgicas del manganeso que las hace susceptibles a la corrosión. Obsérvese las temperaturas de fusión de estas aleaciones inferiores a 1000°C y su dureza en estado recocido adecuada para su empleo en joyería.

4.5 MEDICIÓN DEL COLOR

La necesidad de medir con exactitud del color ha llevado a la creación de diferentes sistemas para tal fin: sistema Munsell y sistema DIN los cuales dependen de la subjetividad del ojo humano, para evitar esta fuente de error CIE (the internacional Comision on Illumination) desarrolló el método CIELAB. El método CIELAB expresa el color en tres coordenadas: L, a y b. L mide el brillo con valores de 0 (negro) hasta 100 (blanco).

Un valor de cero corresponde a un material que no refleja luz y de 100 para aquel en el que toda la luz incidente es reflejada. La coordenada a^* mide la intensidad del verde (negativo) o rojo (positivo) componente del espectro; mientras la coordenada b la intensidad del azul (negativo) o amarillo (positivo). Ver figura 13. El color de una muestra puede ser definido como un punto ubicado en el espacio L^* , a^* y b^* . Estos valores son medidos directamente con un espectrofotómetro, el cual tiene un poder de resolución entre cinco y diez veces el del ojo humano. Si se quiere reducir el número de parámetros requeridos para la descripción de color, podemos considerar la distancia del punto bajo consideración al origen de los ejes. Esta distancia se conoce como chroma.



Fuente: <http://www.gusgsm.com/files/cielab.jpg>

Otro parámetro usado extensivamente para la medición del color es el yellowness index ASTM D1925. Su ecuación se deriva de los valores triestímulos X, Y y Z o de los equivalentes en el método cielab L, a y b. Este parámetro mide el grado de amarillez de un material en la escala blanco-amarillo y es más usado para muestras de color que reflejan la luz en la zona de longitud de onda entre 570-580 nm. El yellowness index ASTM D1925 fue desarrollado específicamente para determinar la amarillez de materiales homogéneos, no fluorescentes que estén próximas al color blanco y se calcula de la ecuación 1.

$$YI = \frac{100(1.28 X - 1.06 Z)}{Y} \text{ Ec. 1}$$

Los diferentes problemas relacionados con la medición de color como la objetividad, la exactitud y precisión son resueltos por este sistema. La escala es lineal, es decir, a medida que YI disminuye, la aleación es más blanca. Corti (7) considera al Índice de Amarillez ASTM D1925, como el mejor parámetro para indicar el grado de blancura en las aleaciones de Oro blanco. A partir del Índice de Amarillez la WGTF (USA) y la BAO (UK) establecieron las siguientes recomendaciones para cuantificar el color blanco en las aleaciones de Oro blanco:

Condiciones de medida: Iluminante C, o en su defecto el D65, Angulo del observador 2°, Muestra pulida a 6 micras, Se requiere de componente especular.

Bajo estas condiciones se propusieron tres categorías de aleaciones de Oro blanco:

Premio: Color blanco adecuado. No requiere de capa de Rodio.

Estándar: En estas aleaciones la capa de Rodio es opcional.

Off-White: Estas aleaciones requieren necesariamente ser rodinadas.

No blancas: Ni aún con capa de Rodio se puede aceptar como aleación de Oro blanco.

Como el Índice de Amarillez (YI) se calcula a partir de los valores tristímulos X, Y, y Z, es necesario establecer límites a los valores del eje de color verde-rojo, para disminuir los efectos de las tonalidades de estos colores. Se propuso, por lo tanto, que el valor de la coordenada cromática CIELab, a^* , estuviera entre +3.0 y -3.5. Además, se estableció que el valor del brillo en todas las aleaciones de Oro blanco debe de ser mayor de 75 ($L^* > 75$). Los valores de b^* varían mucho en las aleaciones de Oro blanco comerciales. Se han encontrado valores entre 7,38 y 14,37. Henderson y Manchanda (17) recomiendan la aplicación de matemáticas estadísticas para establecer la incertidumbre de las medidas. Se hace necesaria la repetición de los resultados para obtener datos estadísticos confiables debido al amplio margen de color en las aleaciones de Oro blanco. Los resultados obtenidos permiten calcular el valor de la incertidumbre. Tabla 13. El factor de riesgo de 2 da un nivel de confianza de aproximadamente 95%, lo cual es aceptado en la práctica internacional.

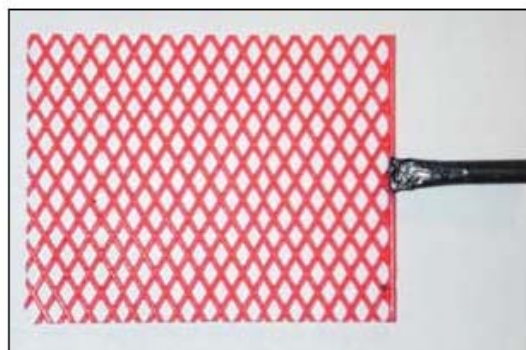
Tabla 13. Tolerancia máxima recomendada en la medida del color en las diferentes categorías de aleaciones de Oro blanco (17)

Categoría	YI: D1925	Tolerancia máxima	Observación
Premio	<19	±2	No requiere rodinado
Estándar	19-24,5	±2	Rodinado opcional
Off-white	24,5-32	-3	Necesita rodinado

4.6 PROPIEDADES METALÚRGICAS DE LAS ALEACIONES DE ORO BLANCO

4.6.1 Colabilidad. La colabilidad se define como la capacidad que tiene un metal o aleación líquida de llenar completamente un molde de dimensiones establecidas. Esta capacidad de los metales y sus aleaciones de fluir libremente antes de solidificarse para reproducir fielmente los detalles del molde, es una de las etapas más críticas del proceso de fabricación de la pieza moldeada debido a que determinara la conveniencia de la aleación para producir piezas que tengan secciones finas. La colabilidad depende de factores como: Propiedades térmicas del metal y del molde, Temperatura de colada, Densidad del metal, Constitución de la aleación, Diseño del molde, especialmente altura de bebederos, entradas y ventilación.

Figura 14. Modelo para la probeta de Ensayo de Colabilidad



Fuente: Ott D investment Casting of Gold Jewellery: Gas pressures In moulds during casting: Their measurement and their effects

La fluidez se mide como un porcentaje del área de la malla, según el diseño observado en la figura 14 las dimensiones sugeridas en este diseño son de 38mm de ancho, 90mm de largo y 1 mm de espesor.

4.6.2. Susceptibilidad al agrietamiento en caliente. Son grietas inter-cristalinas que se forman cuando la pieza todavía se encuentra parcialmente líquida. Su efecto debilitador es por lo tanto considerable. Estas grietas pueden propagarse después de la solidificación, debido a las tensiones que aparecen por las diferentes velocidades de enfriamiento en la pieza. La tendencia a la ruptura queda agravada a ciertas partes de la pieza, por ejemplo en las secciones más finas que solidifican más rápidamente que las otras. La susceptibilidad de una aleación para presentar agrietamiento en caliente está determinada por tres factores importantes: Constitución, Tamaño de grano, Contenido de gas

4.6.3 Tamaño de Grano. Constituye un factor decisivo en la calidad y resistencia de los metales. Las piezas elaboradas con metales de grano grueso, tienen una tendencia muy marcada a dar después del temple, estructuras groseras y frágiles. Las piezas con metales de grano fino en cambio, son dúctiles. El tamaño de grano de un determinado metal es una característica inherente al proceso de fabricación, como una función de la temperatura a la que se calienta y del tiempo de sostenimiento de la misma.

4.7 PROPIEDADES MECÁNICAS

Las propiedades mecánicas de los metales y aleaciones que son importantes en ingeniería para el diseño y que pueden ser obtenidas del ensayo de tensión son: figura 15: Modulo de elasticidad, Resistencia a la tracción, Elongación, Porcentaje de reducción de área.

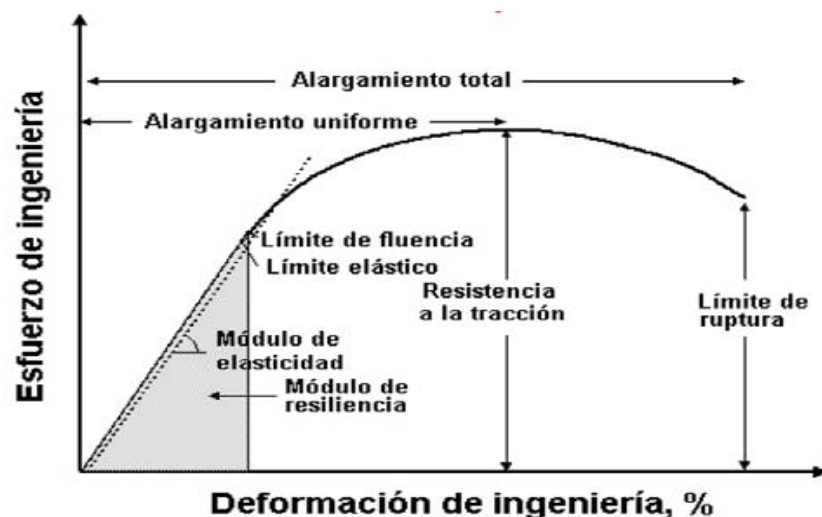
4.7.1 Módulo de Elasticidad: Al comenzar a aplicar la carga en el ensayo de tensión, la deformación que presenta el metal es de naturaleza elástica. Esto es, si se retira la carga aplicada, la muestra volverá a su longitud original. En general, los metales y las aleaciones

muestran una relación lineal entre el esfuerzo y la deformación en la región elástica del diagrama esfuerzo-deformación. Esta relación descrita por la ley de Hooke se expresa:

$$\sigma (\text{esfuerzo}) = E \times \varepsilon (\text{deformación}) \quad (2)$$

$$E = \frac{\sigma (\text{esfuerzo})}{\varepsilon (\text{deformación})} \quad (3)$$

Donde E es el módulo de elasticidad o módulo de Young en *Psi* o *Pa*. **4.7.2. Resistencia máxima a la tensión.** Es la fuerza máxima alcanzada en la curva esfuerzo-deformación. Si la probeta desarrolla una disminución localizada en el área de la sección transversal, el esfuerzo en ingeniería disminuirá con la deformación hasta que se produzca la rotura. La Resistencia máxima a la tensión de un metal se determina trazando una línea horizontal desde el punto máximo de la curva esfuerzo-deformación al eje del esfuerzo, donde la línea corta al eje de esfuerzo se llama resistencia máxima a la tensión o simplemente resistencia a la tensión figura 15.



4.7.3 Microdureza. El ensayo de microdureza Vickers (método especificado en la norma ASTM 384-89 (UNE-EN ISO 6507-2)), emplea, como cuerpo penetrador, un diamante con forma de pirámide equilátera con ángulo diedro de 136° , el cual es presionado sobre el

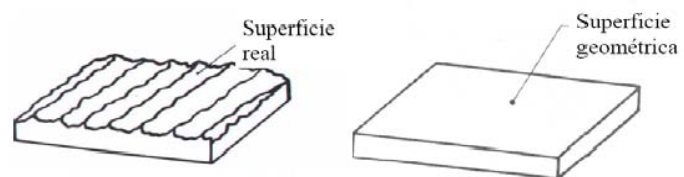
material bajo una determinada carga (valores entre 25 y 1000 gramos-fuerza), definiéndose la dureza Vickers (HV) como el cociente de la carga, F (Newton), y el área superficial, A (mm²), de la huella permanente dejada por el penetrador, una vez retirada la carga. El área se determina a partir de la medición por microscopia óptica de las diagonales de la huella ($A = d^2/2 \text{ sen } 68$), calculándose la dureza mediante la expresión:

$$HV = \frac{FF}{Ad} \quad (4)$$

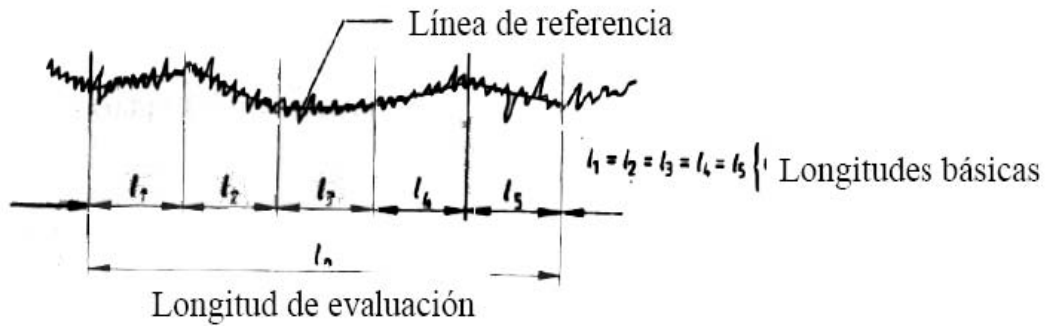
4.8 RUGOSIDAD

El acabado final y la textura de una superficie es de gran importancia para definir la calidad del oro., ya que la rugosidad es un factor crucial a tener en cuenta en la toma del color. La rugosidad superficial es el conjunto de irregularidades de la superficie real, definidas convencionalmente en una sección donde los errores de forma y las ondulaciones han sido eliminados. Ver figura 16.

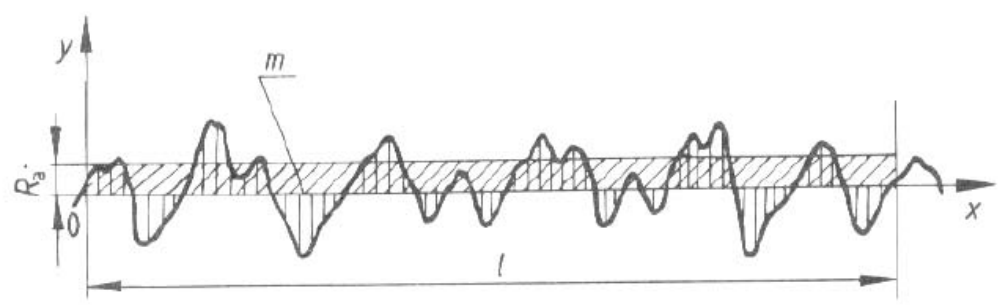
Figura 16. Rugosidad superficial y geométrica (24)



Es importante tener en cuenta que la superficie a partir de la cual se determinan los parámetros de rugosidad, se conoce como superficie de referencia, y se calcula por la media de mínimos cuadrados y la longitud básica, es la longitud de la línea de referencia utilizada para separar las irregularidades que forman la rugosidad superficial, ver figura 17.



4.8.1 Desviación media aritmética del perfil Ra. Es la media aritmética de los valores absolutos de las desviaciones del perfil, en los límites de la longitud básica L. Ver figura 18.

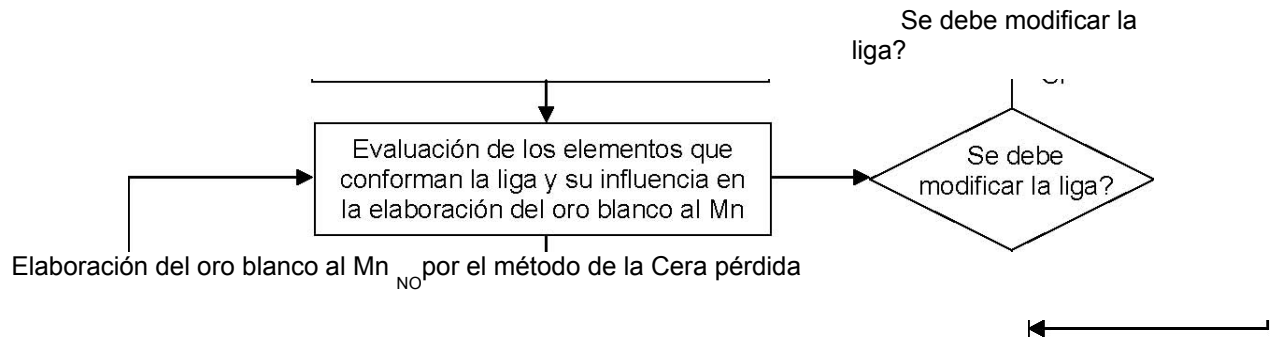


5. DESARROLLO EXPERIMENTAL. ELABORACIÓN DE LA ALEACIÓN DE ORO BLANCO AL Mn

El desarrollo experimental comprendió las actividades establecidas en la metodología de la propuesta de investigación y se llevo a cabo de la siguiente manera:

Figura 19. Esquema del desarrollo experimental establecido.

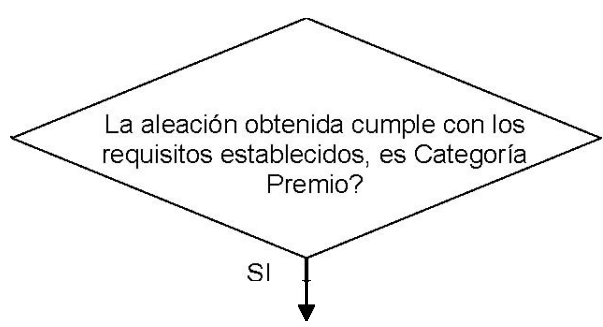
Selección de la liga para fabricar el oro blanco al Mn.



↓
 Caracterización Física, Química, Metalúrgica, Mecánica y Microestructural de la aleación de oro blanco al Mn



NO



Análisis de los resultados obtenidos con aleación de oro blanco al Mn elaborada de categoría premio.

5.1 MATERIAS PRIMAS

El grado de pureza del oro utilizado en el desarrollo experimental es de 24 quilates, el cobre 99,9%, manganeso 99,9%, zinc 99,5% plata 99,5%, y el antimonio 99,5% .

5.2 EQUIPOS

En la Tabla 14, se presenta la descripción de los equipos en el orden en que se realizó cada una de las actividades.

Tabla 14. Listado de equipos utilizados en el desarrollo de la investigación.

EQUIPO	MODELO
Vulcanizadora	Vulcatrol / 81500R
Inyectora de cera	Jelrus / APR
Horno para tratamiento térmico del yeso	Ney Dental Inc / 3-550
Bomba de vacío	X
Horno para microfundición	Neutec / J2R
Tomber de limpieza	X
Espectrómetro fluorescencia de rayos x	Shimadzu / EDX 800 HS
DRX	Rigaku / D/MAX IIIB
Espectrofotómetro	GretagMacbeth / CE-XTH
Desbaste y Pulido	Lijas paños y Abrasivos Marca Buehler
Microscopio óptico	Hirox /KH- 7700
Microscopio electrónico de barrido	FEI / Quanta 200
Microscopio Electrónico de Transmisión	FEI - Tecnai 20 Twin Rango 200Kv
Analizador Térmico	
Micro durómetro	Zwick/Roell / ZHV
Máquina universal de ensayos	Shimadzu / AG-I 250KN
Rugosímetro	Mitutoyo

5.3. OBTENCIÓN DE LAS PROBETAS

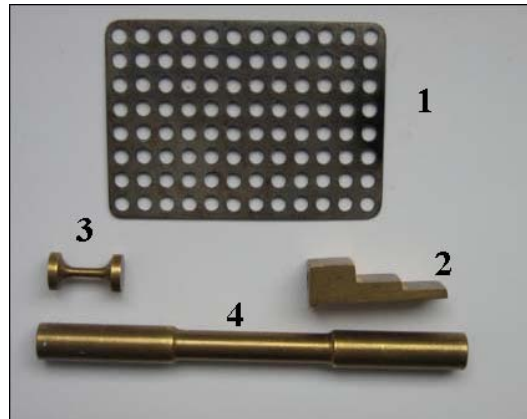
Conocido el rango de composición de la aleación a elaborar y con base en lo encontrado según la revisión bibliográfica se realizó el diseño de las probetas teniendo como base las dimensiones establecidas y la revisión de artículos publicados por algunos autores tales como Zito (40) y Ott (32) en donde se definen

Norma ASTM E8, Poliero Máximo. White Gold Alloys

las dimensiones para los ensayos de toma de color, y colabilidad. Los planos de las probetas se encuentran en el anexo A y en la fotografía 1 se muestran en detalle.

5.3.1 Probetas para ensayos. La Probeta N° 1 para medir la colabilidad, N° 2 para evaluar microestructura, tamaño de grano, microdureza y el color, N° 3 para evaluar la susceptibilidad al agrietamiento en caliente, N° 4 para determinar las propiedades mecánicas obtenidas del ensayo de tensión y observación de defectos internos a través de la sección transversal según la norma ASTM E8.

Fotografía 1. Probetas utilizadas para realizar los moldes.



A continuación, se evaluó el sistema de llenado a través de los programas de simulación (SOLIDCast, FLOWCast) (39). El SOLIDCast permite una representación virtual muy confiable de la solidificación de las piezas y el FLOWCast el flujo del metal líquido durante el llenado de los moldes. Para efectos de la simulación se introdujeron los datos termofísicos de cada aleación, los cuales se calcularon introduciendo los porcentajes de los elementos de aleación en el software Density. Una vez calculados, se introdujeron en el SOLIDCast para desarrollar la simulación del sistema de llenado y solidificación de los moldes de las probetas utilizadas para los ensayos de caracterización metalúrgica y mecánica. (Ver tabla 15 y figura 20).

Figura 20. Sistema de llenado diseñado

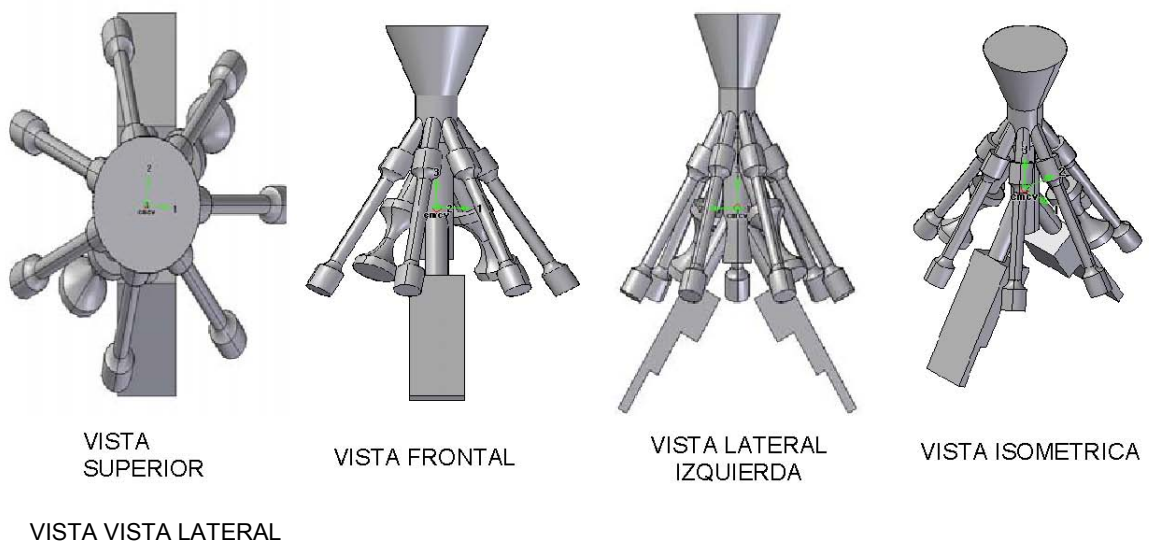


Tabla 15. Datos termo físicos de las aleaciones seleccionadas.

ALEACIÓN	COND. TERMICA W/m [°] K	CALOR ESPECIFICO J/Kg °K	CALOR LATENTE DE FUSION J/Kg	TEMPERATURA DE LIQUIDUS [°] C	DENSIDAD gr/cm ³
C	175.85	0.094	85.927	900	8.34

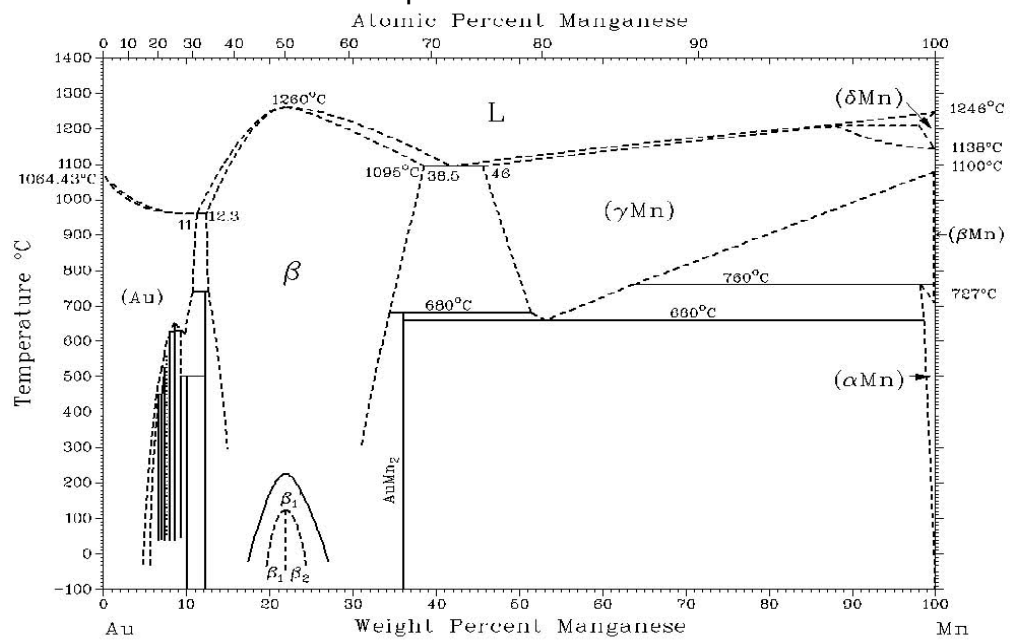
En el Anexo A se establece el proceso de la cera perdida que se llevó a cabo para la fabricación de las aleaciones de oro blanco, y en el anexo C los ensayos realizados para la caracterización de la aleación de oro blanco al Mn fabricada.

6. EVALUACIÓN DE LOS ELEMENTOS DE ALEACIÓN DE LA LIGA Y SU INFLUENCIA EN LA ELABORACIÓN DEL ORO BLANCO.

La principal herramienta con que cuentan los diseñadores de aleaciones es la tabla periódica de los elementos. Las características cristalográficas, los diagramas de estados y las propiedades termodinámicas son también de gran utilidad. Estas propiedades permiten establecer los posibles pares de metales que pueden formar una aleación. Son muchos los diagramas de equilibrio binarios, ternarios, etc., que forma el oro con otros elementos y muchas las referencias que lo recopilan. La corta aproximación que se expone a continuación sobre las características de los elementos, que la literatura indica como posibles sustitutos del níquel y del paladio en la elaboración de ligas para producción de aleaciones de oro blanco de 750 milésimas, está sustentada en un detenido análisis de la formación de soluciones sólidas de sustitución, fases intermedias, compuestos intermetálicos, estructuras cristalinas, equilibrio y estabilidad de fases. Así lo establecieron Ferro et al (28) al correlacionar algunos aspectos específicos de los diagramas de fase, como por ejemplo, la formación de soluciones sólidas, fases intermedias, etc., con parámetros atómicos, que generalmente presentan variaciones graduales a lo largo de la tabla periódica, como el número de electrones valencia, electronegatividad y radio atómico. Se estudiaron los grupos (5 a 9) periodo 4, se encuentran el Cr, Mn y Fe que forman soluciones sólidas con el oro como se aprecia en

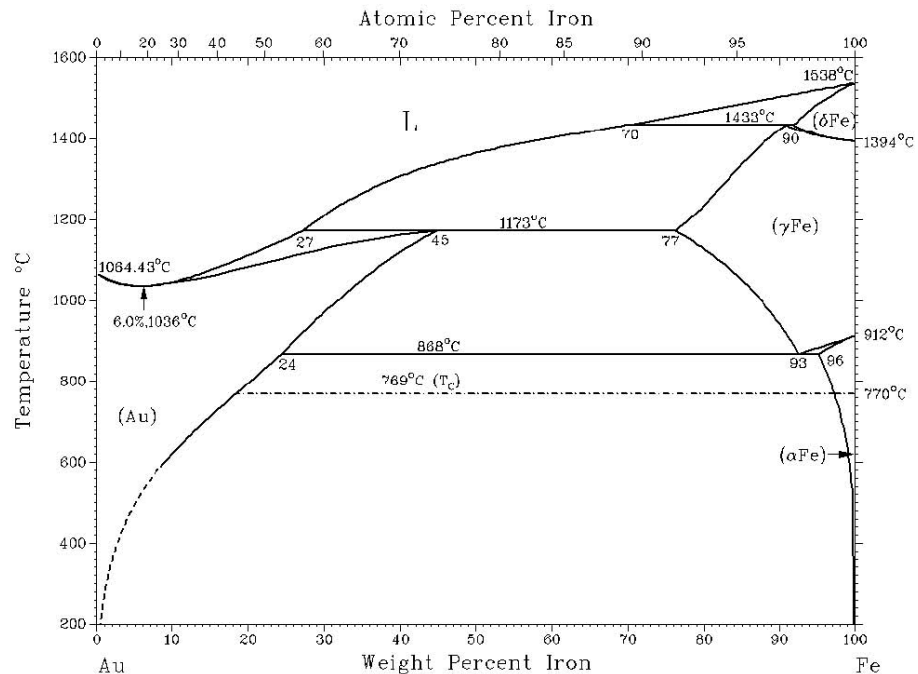
los sistemas AuMn, AuFe, Figuras 21 y 22.

La tendencia a la formación de soluciones sólidas en estos grupos es más compleja y parece obedecer a la posición que ocupa el elemento en la tabla periódica, y a la interacción de los diferentes factores que determinan la solubilidad en el estado sólido.



Fuente: ASM

Figura 22. Sistema Au-Fe



Fuente: ASM

En estos casos, la aplicación de las reglas empíricas establecidas por HumeRothery¹¹ es una adecuada aproximación para explicar la formación de soluciones sólidas y las fases intermedias (compuestos electrónicos). Los factores que según Hume-Rothery favorecen la solubilidad y que se conocen como reglas son:

Factor de la estructura cristalina: La solubilidad sólida completa o total de dos elementos jamás se logra, a menos que los elementos tengan el mismo tipo de estructura cristalina.

Factor dimensional: Cuando el tamaño relativo de los radios atómicos de los elementos difiere en menos del 15%, formarán soluciones sólidas más o menos extensas. Si el tamaño de sus radios atómicos difiere en menos del 8% formarán soluciones sólidas completas. (27)

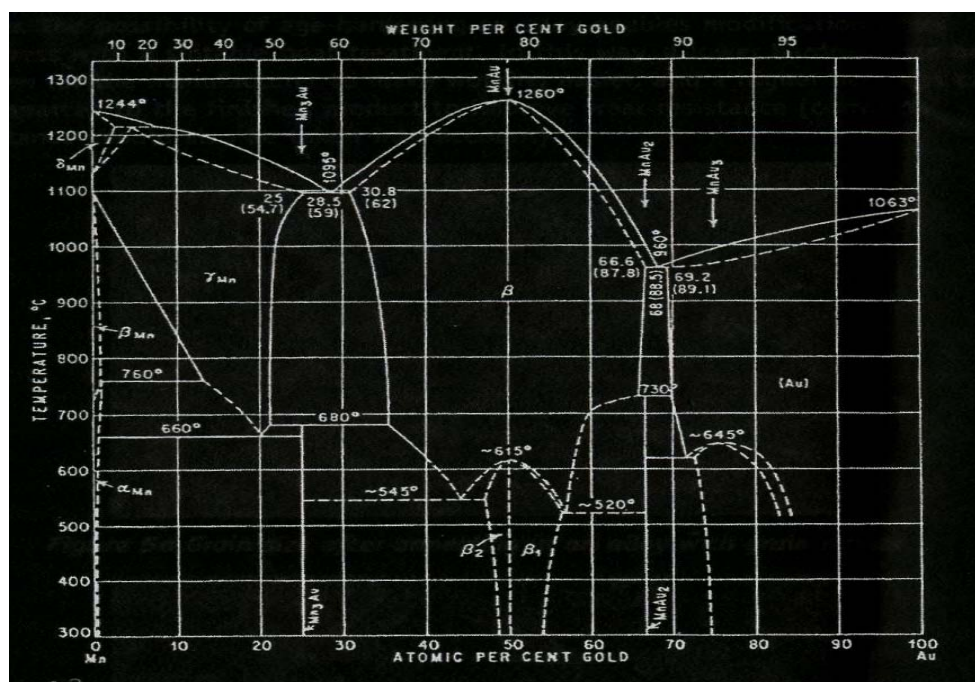
Factor de afinidad química o electroquímica: Cuando los componentes de la aleación están muy separados entre sí en la Tabla Periódica, su afinidad química es muy alta y su tendencia a formar compuestos químicos es fuerte, y en consecuencia, su solubilidad sólida es restringida.

Factor de Valencia: Si el metal soluto tiene igual valencia que el metal solvente, la solubilidad es favorable. Si el metal soluto tiene mayor valencia que el metal solvente la solubilidad se reduce y, sí el metal soluto tiene menor valencia que el metal solvente, la solubilidad se incrementa. En resumen, en las aleaciones binarias el metal con mayor valencia es más soluble en el de menor valencia que éste en aquel. (29).

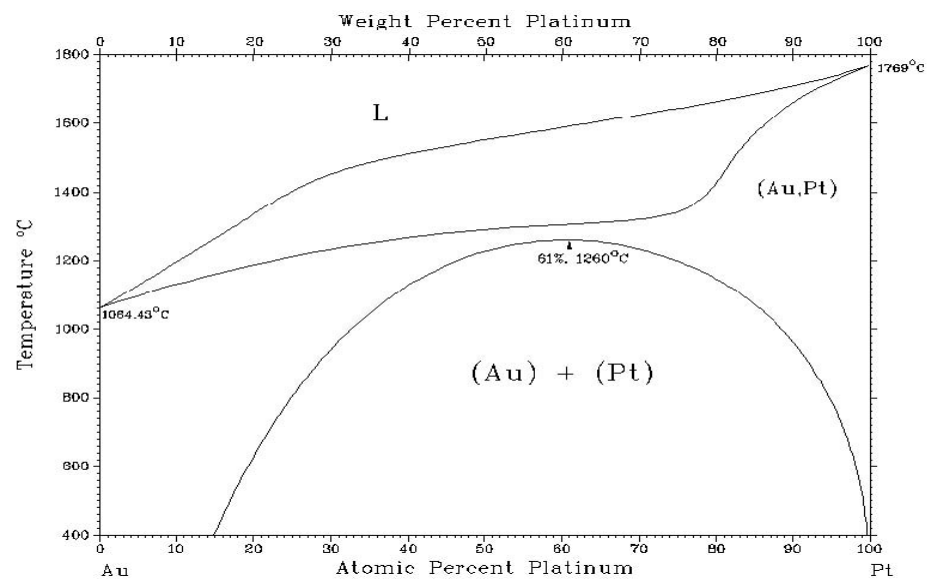
No hay acuerdo entre los autores en establecer cuál de estos factores es el que más incide en limitar la solubilidad. Mientras que (27) considera al factor de tamaño relativo; Crussard, Ch* referenciado por (29), considera que es el factor

¹¹ William Hume-Rothery (1899-1968) Metalofísico Inglés

electroquímico. Indica como ejemplo el Sb muy poco soluble en Al (1,5% at) a pesar de que el factor dimensional es muy favorable (diferencia de diámetro atómico igual a 1,4%). Si estos dos factores son favorables, el factor valencia entra en juego y limita la solubilidad agrega Crussard. Básicamente, la estructura de una solución sólida es la del solvente, con ligeros cambios en el parámetro reticular. Si el átomo soluto es mayor que el solvente, resulta una expansión, si es menor habrá una contracción. Aunque las reglas de Hume Rothery son una buena guía para estudiar la solubilidad en estado sólido entre los metales, se presentan excepciones. Dentro de estos grupos (5 a 9) especial mención merece el sistema Au-Mn Figura 21. (10) Este diagrama muestra algunas diferencias con el publicado por Hansen (1958) (29). Figura 23.

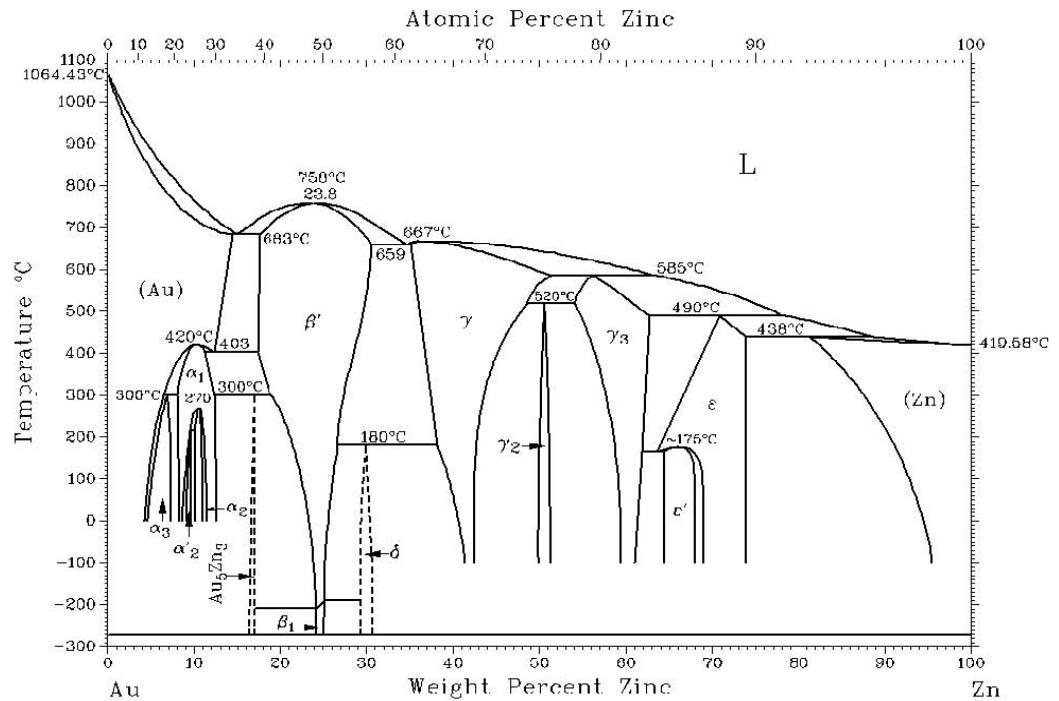


Se observan seis compuestos cercanos unos de otros de fórmula $Au_{31}Mn_9$, $Au_{72}Mn_{21}$, $Au_{41}Mn_{12}$, $Au_{167}Mn_{49}$, $Au_{95}Mn_{28}$, $Au_{27}Mn_8$ en un intervalo de composición muy estrecho de 22,50%at Mn a 22,86%at Mn; es decir, (7,48%Mn-7,63%Mn en peso). Estas “superestructuras” son compactas, y están formadas por una serie de “subestructuras” similares apiladas (25). Obsérvese además, que el campo de existencia de la fase intermedia β (desordenada) es más extenso que el indicado por el diagrama de Hansen, en el cual la reacción orden-desorden ocurre aproximadamente a 615°C. Entre los elementos de los grupos 10,11 y 12, se encuentran los metales Ni, Cu, Pd, Ag, Pt y Zn, elementos comúnmente utilizados en las aleaciones de oro que actualmente se comercializan. En todos estos sistemas se encuentran soluciones sólidas a altas y bajas temperaturas Figuras 24, 25.



Fuente: ASM

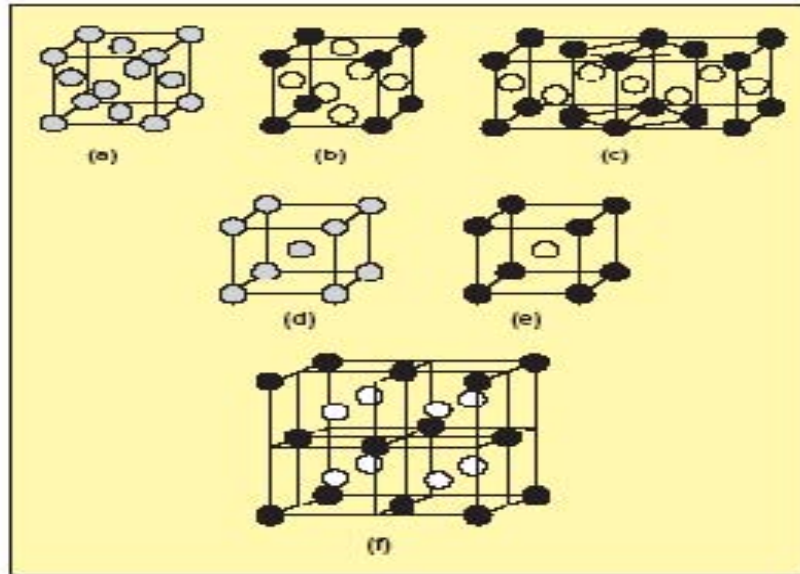
Obsérvese que a bajas temperaturas, en los sistemas Au-Cu y Au-Pt aparecen bucles de inmiscibilidad como resultado de la reacción orden-desorden de la fase estable a altas temperaturas. En resumen, las estructuras cristalinas de los elementos Au y Cu son iguales y corresponden a la estructura FCC.



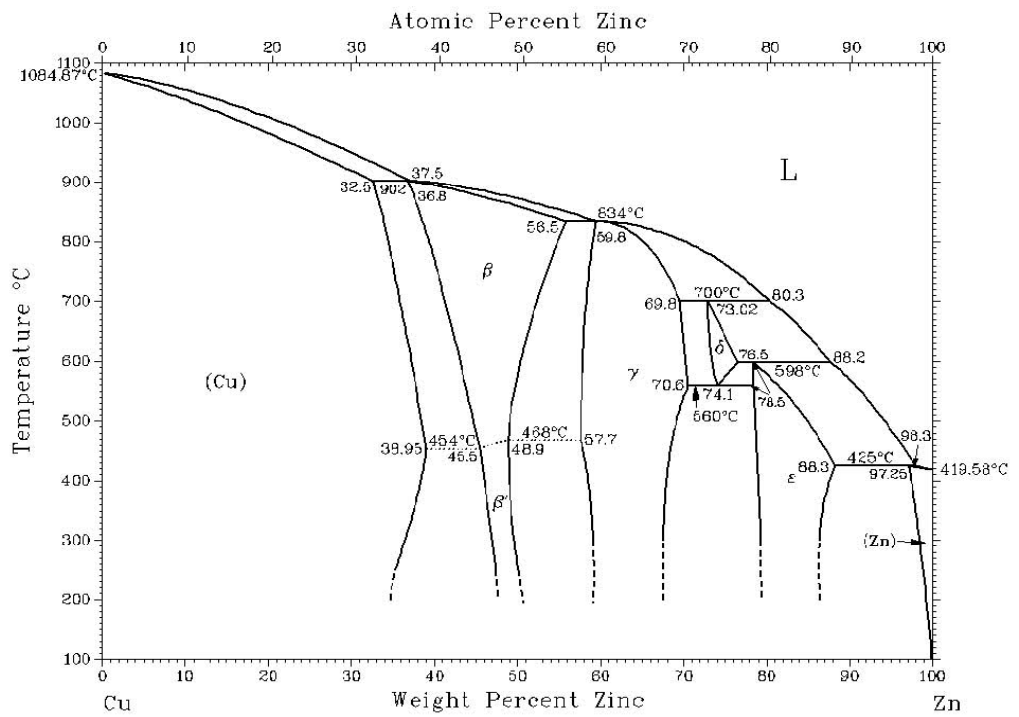
Fuente: ASM

En la solución sólida desordenada AuCu que existe a altas temperaturas, los dos átomos Au y Cu pueden sustituirse libremente uno por el otro en todas las posiciones. Al disminuir la temperatura, aproximadamente a 400°C, la transformación del proceso de ordenamiento se sucede, teniendo como consecuencia que las diferentes posiciones de la celda unitaria, sean ocupadas preferencialmente por el Au o el Cu. La estructura ordenada se obtiene por relaciones atómicas 1:3 o 1:1 como se indica en la figura 26. a, b, c, d, e, f.

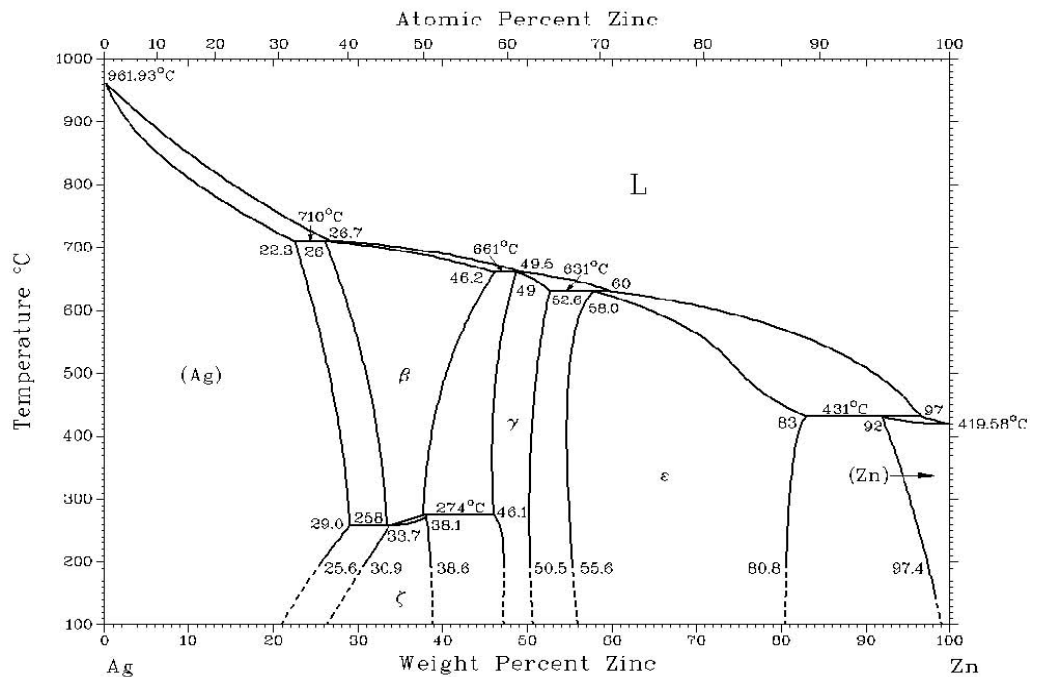
El diagrama de fases Au-Zn (Figura 26) puede considerarse como el diagrama representativo típico de las aleaciones que cumplen las reglas de Hume Rothery. En un número importante de estos sistemas entre los cuales se indican el Cu-Zn, Ag-Zn (Figuras 27, 28) se presentan estructuras cristalinas similares cuya formación se pueden relacionar con la regla del electrón de valencia de los elementos.



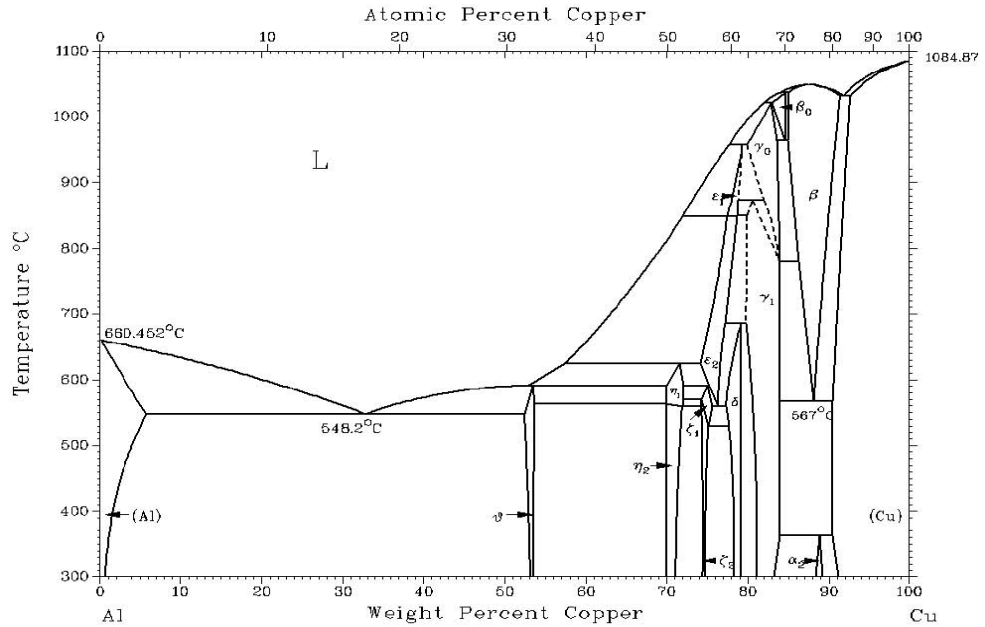
a, b, c: Estructura del Cu y de las fases AuCu₃ y AuCu - d, e: Estructuras tipos W y CsCl. -
f: Estructura tipo CaF₂



Fuente: ASM Fuente: ASM

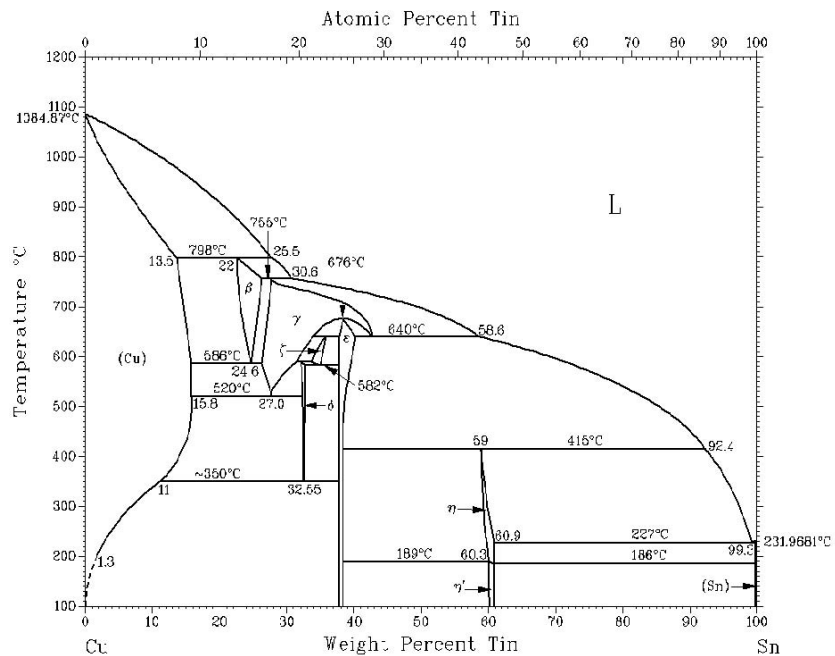


Es interesante anotar que esta misma fase β se encuentra en los sistemas binarios Cu-Al y Cu-Sn figuras 29 y 30, elementos del grupo 13 y 14 respectivamente, que tienen más electrones de valencia. Se aprecia en estos diagramas que la fase β se obtiene con porcentajes atómicos, de Al y Sn más bajos. Para el caso del aluminio solo se requiere un 25% atómico. La figura 31 reportada en algunos textos, muestra los campos de estabilidad de la fase β , en función de e/a (relación entre el número de electrones de valencia y el número de átomos). Obsérvese que las tres fases β (regiones oscuras superpuestas), se forman con valores cercanos a la relación $e/a = 1,5$.



Fuente: ASM

Figura 30. Sistema Cu-Sn



Fuente: ASM

Figura 31. Región rica en Cu de los diagramas Cu-Zn, Cu-Al y Cu-Sn. Se observa que las tres fases β (regiones sombreadas) se forman para el mismo valor e/a (25).

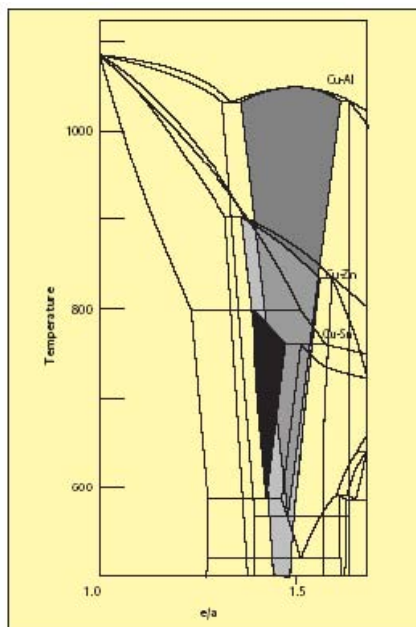
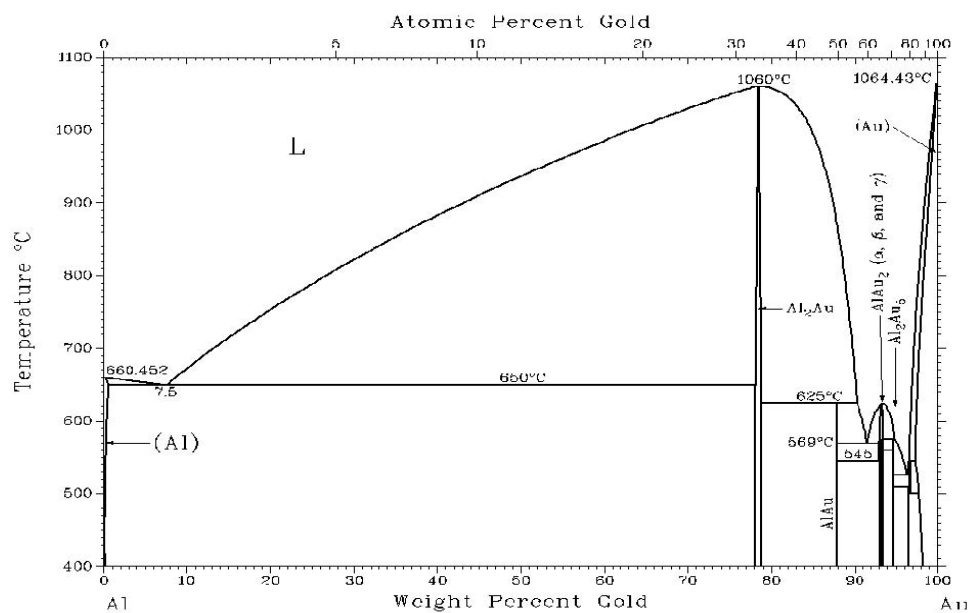


Tabla 16. Estructura de algunos compuestos electrónicos de aleaciones binarias de Au, Ag y Cu (25).

	Relación Átomo-Electrón 3:2			Relación Átomo-Electrón 3:2	Relación Átomo-Electrón 3:2
	Estructura BCC	Cúbica Compleja	HCP	Estructura γ	HCP (ϵ)
Aleaciones de oro	AuMg	Au ₃ Al	Au ₃ In	Au ₅ Zn ₈	AuZn ₃
	AuCd		Au ₃ Sn	Au ₅ Cd ₈	AuCd ₃
Aleaciones de Plata				Au ₉ In ₄	Au ₃ Sn
					Au ₅ Al ₃
	AgMg	Ag ₃ Al	AgZn	Ag ₅ Zn ₈	AgZn ₃
	AgZn		AgCd	Ag ₅ Cd ₈	AgCd ₃
	AgCd		Ag ₃ Al	Ag ₅ Hg ₈	Ag ₃ Sn
	Ag ₃ In		Ag ₃ Ga	Ag ₉ In ₄	Ag ₅ Al ₃
			Ag ₅ Sn		
Aleaciones de Cobre			Ag ₇ Sb		
	CuBe	Cu ₅ Si	Cu ₃ Ga	Cu ₅ Zn ₈	CuZn ₃
	CuZn		Cu ₅ Ge	Cu ₅ Cd ₈	CuCd ₃
	Cu ₃ Al			Cu ₅ Hg ₈	Cu ₃ Sn
	Cu ₃ Ga			Cu ₉ Al ₄	Cu ₃ Ge
	Cu ₃ In			Cu ₉ Ga ₄	Cu ₃ Si
	Cu ₃ Si			Cu ₉ In ₄	
	Cu ₃ Sn			Cu ₃₁ Si ₈	
			Cu ₃₁ Sn ₈		

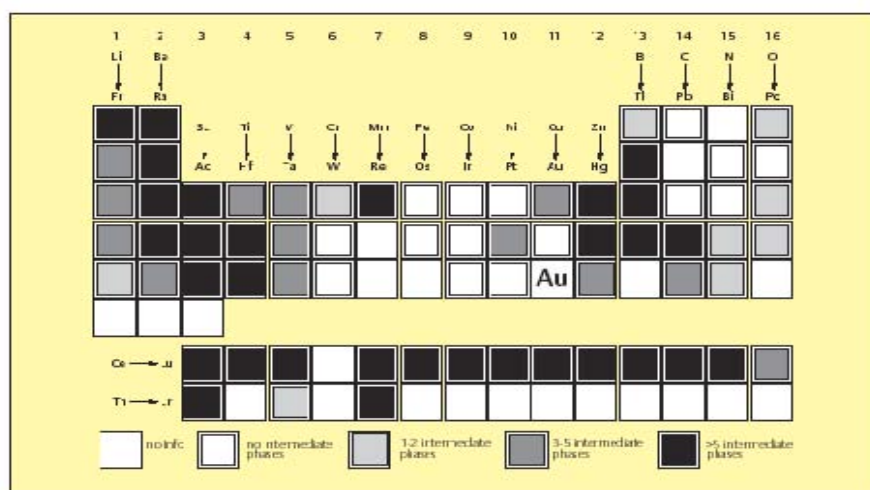
Los elementos de los últimos grupos incluyendo el grupo del Al, forman con el Au un menor número de compuestos. Mención especial merece el diagrama Au-Al y la formación a alta temperatura de la fase AuAl₂, compuesto intermetálico coloreado que ha dado origen a una nueva familia de aleaciones de oro. (Figura 32). Esta fase formada por 79% Au y 21% Al, tiene un punto de fusión mayor que sus constituyentes; es decir, una alta estabilidad termodinámica.



Fuente: ASM

La figura 33 (25) indica los elementos que forman fases intermedias con el Au y el número que forman. Estas fases intermedias se originan por diferentes mecanismos, ya sea por cristalización en el medio líquido o en el estado sólido por reacciones orden-desorden. En general existen dos tipos de elementos que forman fases intermedias. Los primeros situados, a la izquierda de la tabla periódica, cuyos compuestos intermetálicos tienen alto punto de fusión y elevada energía de formación ΔH negativa, y los situados a la derecha de la tabla periódica cuyos compuestos tienen bajos puntos de fusión, extensas zonas de solubilidad en el estado sólido y baja ΔH de formación negativa, por ejemplo el Cd, Ga, In, etc. Finalmente se indica que los elementos del grupo 14 al 16, conocidos bajo el nombre

de elementos semi-metálicos y no-metálicos también forman compuestos con el Au.



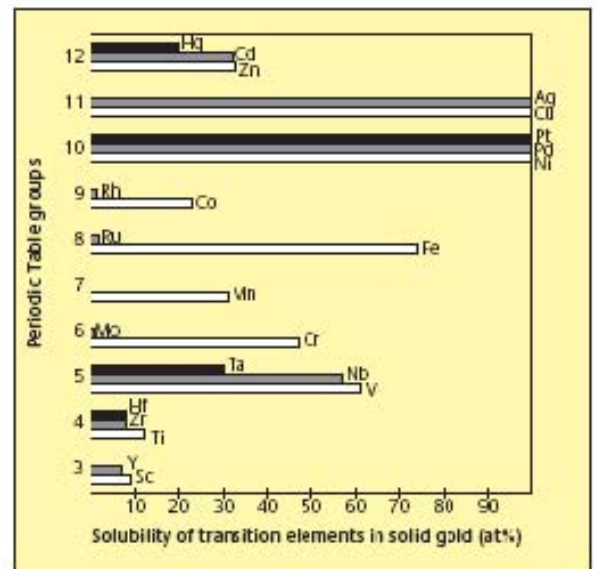
Los compuestos estequiométricos más comunes de las aleaciones binarias del oro se indican en la Tabla 17 (25). En ella se relaciona el tipo de estructuras de los compuestos Mn-Au identificada por la estructura tipo (que es la del compuesto que por primera vez se encontró con dicha estructura). Las reglas de Hume Rothery permiten, como se indicó anteriormente visualizar la posibilidad de formación de soluciones sólidas entre pares de elementos y los factores que la afectan. La figura 34 (24), muestra el grado de solubilidad de los diferentes elementos de transición en el oro sólido en porcentaje atómico.

Tabla 17. Compuestos intermetálicos o de valencia

Estequiometría	Fases	Tipo de estructura	Coordinación Me	Coordinación Au
M₃Au	Nb₃Au, Ta₃Au, Ti₃Au, V₃Au	cP8-Cr3Si	12	12
	Mg₃Au	hP8-Na3As	9-11	11
	Cu₃Au(1), Pd₃Au	cP4-AuCu₃	14	12
M₂Au	Na₂Au, Pb₂Au, Th₂Au	Tl12-Al₂Cu	15	10
	Al₂Au, Ga₂Au, In₂Au	cF12-CaF₂	10	8
	Sb₂Au	cP12-FeS₂	4	6

MAu	AuCd, Cd, Nd, Pr, Sm, Tb, MgAu, AuMn(β).	cP2-CsCl	14	14
	AuCu(I)	Tp4-AuCu	12	12
M₃Au₄	R₃Au₄	hR42-Pu₃Pd₄	16	12-14
M₇Au₁₀	R₇Au₁₀	Tl136-Gd₇Au₁₀	12-17	10-11
MAu₂	γAlAu₂, BeAu₂, MnAu₂	Tl6-MoSi₂	14	14
MAu₃	CuAu₃, PdAu₃	cP4-AuCu₃	12	12
MAu₄	MnAu₄	Tl10-MoNi₄	12	12

Figura 34. Solubilidad en estado sólido de los elementos de transición en el oro.



Estos datos de solubilidad según Ferro, se consideran exactos. Se aprecia en esta figura la completa solubilidad de los elementos Ag, Cu, Pt, Pd y Ni en el Au sólido, elementos que normalmente forman parte de la composición química de las aleaciones de oro que actualmente se comercializan. Luego, están otros elementos, como el Fe, V, Nb, Cr, Ta, Mn, Zn, Cd y Co que presentan una solubilidad considerada alta en el Au en estado sólido; y, finalmente se observan los elementos cuya solubilidad en el oro es baja. Aunque importante, la solubilidad no es la única característica a tener en cuenta para que el elemento sea elegible como elemento de aleación. Existen otras como por ejemplo, la toxicidad, la temperatura del líquido de la aleación, reactividad, entre otras. Si se considera todas estas características, indudablemente que salvo los elementos (Ag, Cu, Pt, Pd), ninguno de los elementos anteriores serviría como elemento de aleación del oro. Sin

embargo, y siguiendo los lineamientos presentados en la propuesta, se propone las siguientes en orden de importancia: Grado de solubilidad en el oro, toxicidad, efecto sobre la temperatura de fusión del oro, dureza, costo, reacción con el material del crisol y/o del molde. De estas características, las más sensibles para el grupo son; el grado de solubilidad en el oro, toxicidad, efecto sobre la temperatura de fusión del oro, y costo. Si se retoma la lista de los 15 elementos seleccionados por O'Connor, como elementos potencialmente blanqueadores del oro y se les aplican las características definidas para su selección se puede indicar:

Grado de solubilidad en el oro:

La Ag, Pt, Pd: Son completamente solubles en el oro en estado sólido.

El Cr, Fe, Co: Son parcialmente solubles.

Toxicidad:

- El Co, Cr y el V afectan la salud humana.

Efecto sobre la temperatura de fusión del oro:

- El Ti, Cr, Pd, Pt y V aumentan la temperatura.

Dureza:

- El In, Sn, Al, Ti, V, Cr, aumentan la dureza.

Costo:

- El Pt, Pd, Ti son costosos.

Reactividad:

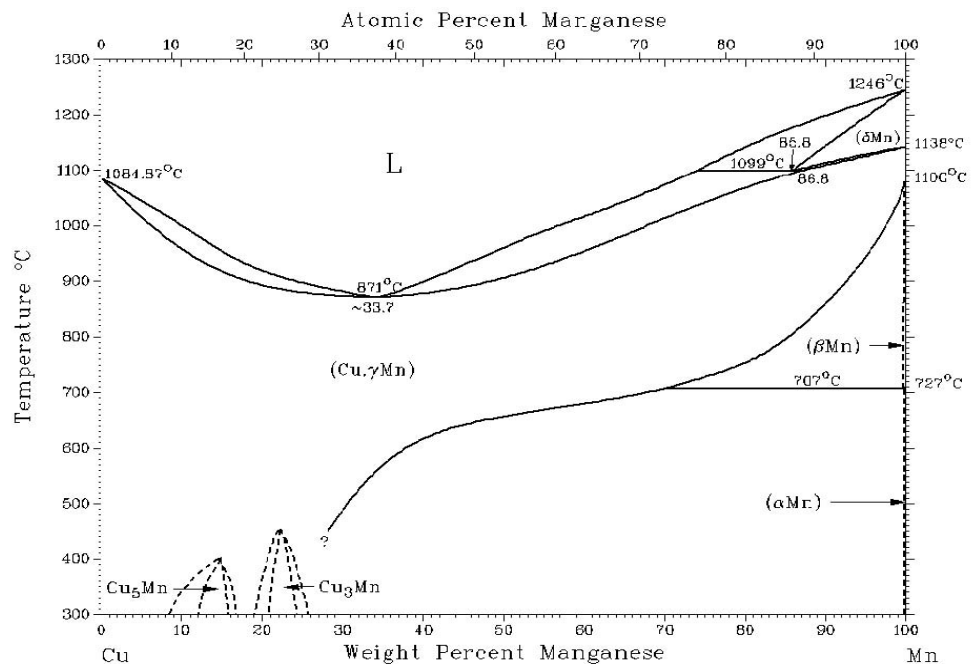
- El Mn, Fe, Cr y Ti son altamente reactivos.

Se indica, además, que el In, Al, Sn, Mn, Nb, Ta, Zn, Ti, V, son parcialmente solubles y forman fases intermedias. Como se puede apreciar ninguno de los 15 elementos indicados por O'Connor podrían reemplazar al Níquel. Esta afirmación la confirman entre otros, Bagnoud (14), Poliero (18), Faccenda (11) y Corti (16).

Con relación a la característica principal, que debe tener el elemento de aleación seleccionado; o sea, alto poder blanqueador del oro, que es el objetivo prioritario del

proyecto, se indica, que aunque al inicio de los trabajos se dieran informaciones contradictorias con relación a la capacidad blanqueadora, en el proyecto existe acuerdo en torno a la alta capacidad blanqueadora que tienen el Fe, Cr y el Mn. Esta capacidad permite clasificarlos como blanqueadores primarios del oro. En resumen, se tienen tres elementos considerados blanqueadores primarios Cr, Mn, y Fe, y cuatro elementos blanqueadores secundarios o de refuerzo, como la Ag, Zn, Sn y el In.

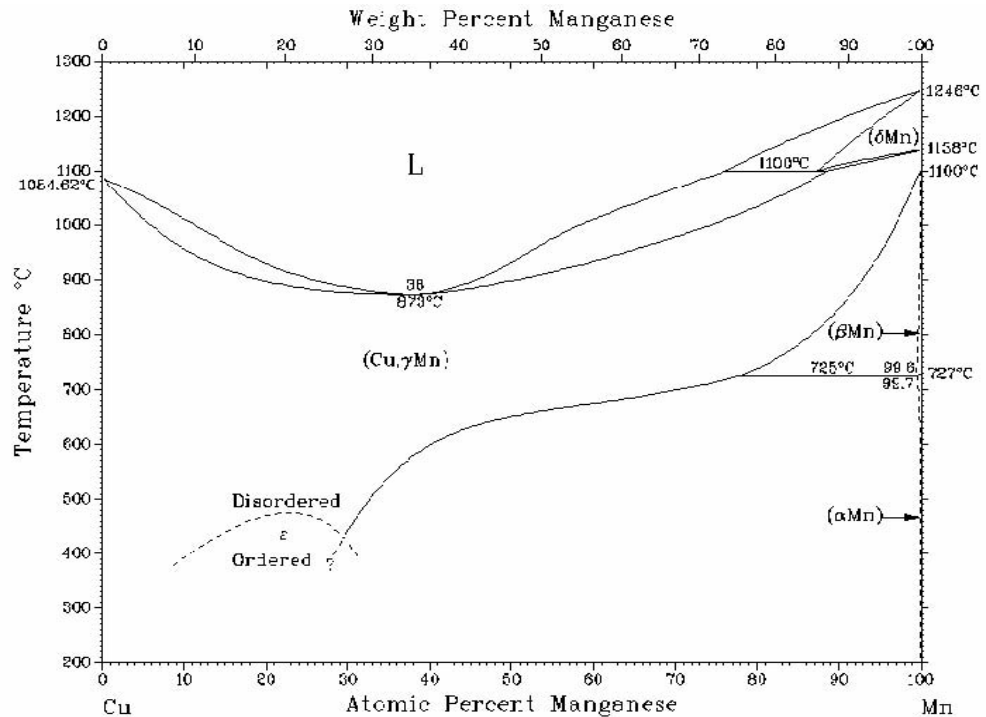
Se consideró diseñar en primer término una liga o aleación madre, que permitiera estabilizar su reactividad. Esto, con el fin de reducir su dispersión en la aleación de oro. Son muchos los elementos que podrían cumplir este papel; sin embargo, existen otras consideraciones, como el grado de solubilidad en el estado sólido, estabilidad termodinámica de la fase, la temperatura del líquido entre otras. De los numerosos diagramas de estado binario del Mn con otros elementos, llama la atención el Cu-Mn. Figura 35 (10).



El Cu igual que el Mn se encuentra en el cuarto período de la tabla periódica formando parte del grupo de los metales de transición. Su diámetro atómico muy cercano en su

tamaño al del Mn; $d_{Cu}=2,56 \text{ \AA}$ y $d_{Mn}= 2,62 \text{ \AA}$. Esto explica en parte por qué forman soluciones sólidas extensas. El Cu funde a 1083°C y el Mn a 1245°C . Cuando se adiciona Cu al Mn o cuando se agrega Mn al Cu, la temperatura de fusión de la aleación baja como se aprecia en el diagrama. Este descenso de temperatura termina cuando se llega a una temperatura de 871°C , para una aleación formada por 66,3%Cu y 33,7%Mn.

Esta aleación se comporta durante su enfriamiento como un metal puro, es decir, su solidificación comienza y termina a una temperatura constante sin cambio en su composición. Estas aleaciones, por esta razón, se les conoce como aleaciones de fusión congruente. También se les conoce como aleaciones pseudoeutécticas con tendencia a formar cavidades de contracción concentradas en el centro. En la parte rica en Cu del diagrama, se forma una solución sólida γ . Como la estructura cristalina del Cu es FCC, la solución tendrá dicha estructura la cual es deformable. Como la dureza del Cu es de 35HB y la del Mn 200HB, la dureza de las aleaciones situadas en estas zonas serán menores a 200HB. La representación que hace el diagrama de la solución sólida γ corresponde en otras aleaciones ricas en Cu a la solución α . La fase γ hace referencia a una variedad alotrópica del Mn. (γMn). Esta variedad alotrópica del Mn, tiene una red cristalina tetragonal centrada en las caras. Como lo indica el diagrama, la solución sólida γ , fase de nuestro interés, presenta una transformación alotrópica en la zona rica en Cu $\gamma \leftrightarrow \alpha$. Se observa que a medida que se acerca a la región rica en Cu, la transformación alotrópica ocurre a más baja temperatura hasta llegar a desaparecer. La ASM Internacional publicó posteriormente (1996) el diagrama Cu-Mn Figura 36, en donde se aprecia la aparición de la fase ϵ con estructura cristalina posiblemente igual a la de la fase desordenada que en este diagrama se indica como ($\text{Cu}\gamma\text{Mn}$), lo cual indicaría que se lleva a cabo un ordenamiento cuyo efecto sobre las propiedades mecánicas serían despreciable. (25)



Algunos investigadores indican que la reacción orden desorden se traduce en la formación de los compuestos de fases intermedios Cu_5Mn y Cu_3Mn que son poco ordenados y tendrían una estructura reticular algo diferente a la solución sólida desordenada y el efecto de ordenamiento tendría una acción más importante sobre las características mecánicas que el que se supone tendría la solución sólida ϵ . Como se aprecia en la Tabla 18 (25), estas estructuras ordenadas serían, cúbica de cuerpos centrados, con una relación de electrones de valencia al número de átomos de 3:2. En la tabla 18 se indican según (31) las cuatro modificaciones alotrópicas del Mn (α , β , γ , δ), sus redes cristalinas y el rango de temperatura en el cual son estables.

Tabla 18. Formas alotrópicas del Manganeso

Forma Alotrópica	Intervalo de temperaturas del estado estable °C	Red cristalina
α	<700	Cúbica compleja poliatómica
β	700-1079	Idem
γ	1079-1143	Tetragonal centrada en las caras
δ	1143-1242	Cúbica centrada en el cuerpo.

De las consideraciones anteriores se puede indicar que la forma alotrópica del Mn que

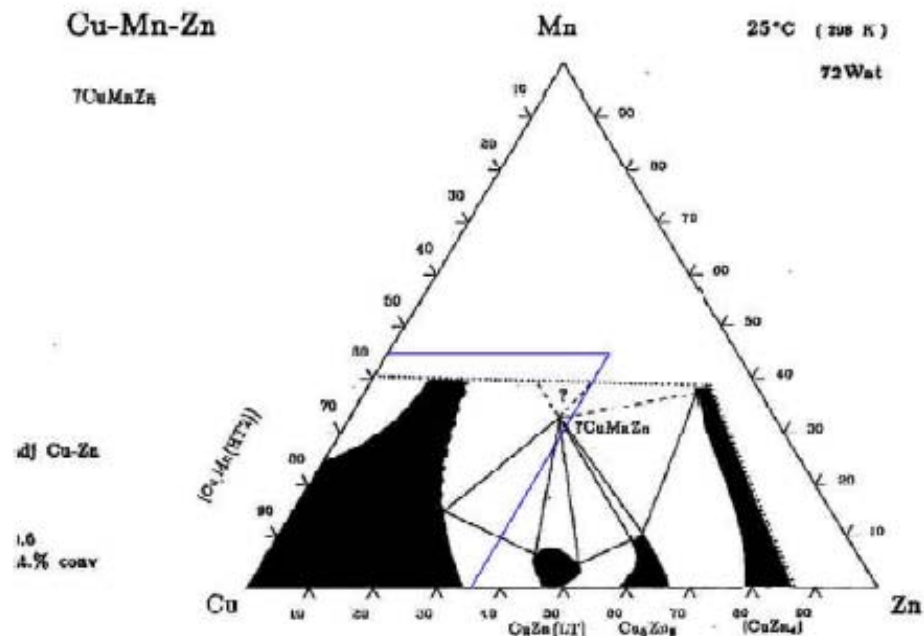
más se acerca al propósito de diseño de la liga es la forma γ Mn. Las aleaciones Cu-Mn que se encuentren en el área de la fase $\text{Cu}\gamma\text{Mn}$, las que más llaman la atención por su bajo punto de fusión, son las cercanas al punto pseudoeutéctico. Estas aleaciones a temperatura ambiente, tendrán la estructura cristalina del Cu, (FCC), por lo tanto, la aleación será de baja dureza. Si el enfriamiento fuera muy lento parte del γ Mn en solución podría transformarse cristalográficamente en su forma α Mn (estructura cúbica compleja) que podría endurecer la aleación. Una solución para evitar esta transformación sería enfriarla rápidamente a partir de los 620°C aproximadamente.

Aleaciones con un contenido de Mn menor al punto pseudoeutéctico, pero cercano a él, tendrían una transformación alotrópica a más baja temperatura, por lo tanto, las proporciones de α Mn serían muy bajas. Estos razonamientos permiten sugerir en principio que el contenido de Mn en la aleación madre sería cercano o igual a 34%Mn (punto pseudoeutéctico). Según (33) que la influencia del Mn sobre la estructura es poco marcada cuando se usa junto con otro elemento de aleación. La utilización de un tercer elemento contribuiría a estabilizar más el sistema Cu-Mn. Dos elementos se usan hace años para realizar aleaciones con el Cu. El Zn y el Al. Estos dos elementos forman aleaciones con el Cu y aun con el Mn que son usadas para fabricar gran variedad de piezas que son apreciadas por su resistencia a la corrosión. Son muy comunes las aleaciones Cu:Zn (latones) y los cuproaluminios Cu:Al. Estas aleaciones son modificadas con la adición de elementos como el Fe, Ni, Mn, que otorgan características muy interesantes. Como se indicó anteriormente, el Zn forma soluciones sólidas extensas con el Au y con el Cu. Las soluciones ricas en Au y en Cu tienen una estructura cristalina CCC, la que por tener un elevado número de planos de deslizamiento son deformables, esta característica, más las que se dan a continuación, justifican la presencia del Zn en las aleaciones de Cu y/o de Au. Se indican entre otras:

Disminuye la temperatura del líquido de la aleación de Cu o de Au, se clasifica como un elemento blanqueador secundario, su efecto blanqueador se considera igual al de la Ag

(17), el Zn cambia el color rojo del cobre por un color amarillo, aumenta la colabilidad de la aleación (34), disminuye la tensión superficial de la aleación, reduce la rugosidad superficial de las piezas.(35), disminuye la reacción metal-molde, aumenta el brillo de las piezas (32), y es un buen desoxidante del cobre. Sin embargo, tiene desventajas, entre las cuales se mencionan: Formación de óxidos estables, Alta presión de vapor, en altas concentraciones reacciona con el material del molde con producción de porosidades y defectos superficiales (34), segrega en los límites de grano, lo cual favorece la corrosión intergranular.

El diagrama Cu-Zn es muy conocido. La solubilidad del Zn en el Cu en el estado sólido aumenta desde 32,5%Zn a 903 °C hasta 39%Zn a 454,4 °C. En esta zona la solución sólida α cristaliza en la estructura FCC, (latón es α), que son dúctiles. La solución sólida β , como se indicó, es una fase intermedia que cristaliza en la red CC y sufre un ordenamiento entre las temperaturas de 454,4°C a 468°C, convirtiéndose en la estructura β' de red CC. La reacción de ordenamiento es tan rápida que no puede evitarse por temple (28). El efecto del Zn sobre la dureza de los latones α es poco notorio. La figura 37 (34) representa la proyección del líquido de las aleaciones del sistema ternario Cu-Mn-Zn y la figura 37, la proyección a la temperatura de 25°C del mismo sistema de aleaciones. En la zona rica en Cu se observan las temperaturas del líquido de una serie de aleaciones ternarias con valores menores que 1000°C. Todas estas aleaciones clasifican dentro del objetivo establecido en la propuesta según esta variable.



Fuente: ASM

En el sistema binario Cu-Zn este elemento, además de bajar la temperatura del líquido, actúa como desoxidante del Cu. Lo anterior hace necesario la adición de un cuarto elemento que tenga como fin proteger al Mn de la oxidación. Varios elementos podrían realizar esta función, tales como el Si, B, Ti, Al, Mg, Ca y Zr entre otros. A continuación se indican las características que se considera deben tener la liga para la producción de oro blanco de 750 milésimas:

Características de la liga:

- Índice de amarillez YI' bajo. Preferible ≤ 15 , Brillo mayor de 70. Preferible $L^* > 75$, Temperatura de colada menor de 1050°C . (preferiblemente menor que 1000°C), Dureza en estado de fundición menor de 400HV.

7. ELABORACIÓN DE LA ALEACIÓN DE ORO BLANCO AL Mn

7.1 FUSION DE LAS ALEACIONES DE ORO BLANCO AL Mn

7.1.1 Preparación de la carga para la fabricación de la aleación de oro blanco al Mn –

Oro 1: De acuerdo con el peso del arbolito en cera, se pesaron 140 gr de carga metálica cuyo 75% corresponde al Au y el 25% a la liga. La aleación fue colada al vacío en un molde de yeso a una temperatura de 1020°C. La pérdida por fusión fue equivalente al 2,9% de la carga, o sea, un 12% del peso de la liga cargada. La tabla 19 muestra la composición química de la aleación de oro blanco obtenida. Se indica de la pérdida de 0,9% de Au, la alta pérdida del Al y de la Ag y el aumento relativo del contenido de Cu. Con relación al Mn se aprecia un aumento relativo del 1,1% lo cual no se esperaba.

7.1.2 Preparación de la carga para la fabricación de la aleación de oro blanco al Mn –

Oro 2: La carga estuvo compuesta por 75% de Au y 25% de liga a la cual se le adicionó un 12% de la liga, para compensar la pérdida por fusión. La carga fue fundida en el horno eléctrico de resistencia en un crisol de grafito, bajo atmósfera de nitrógeno seco. Se adicionó un 2% de bórax como fundente. Una vez fundida la carga se mantuvo durante 5 minutos a una temperatura de 980°C y se coló al vacío. Se obtuvieron probetas para composición química, medir dureza, color y realizar metalografía respectivamente. La aleación de oro fundida presentó la composición química que se muestra en la tabla 19.

Durante la fusión se formó una abundante escoria producto de la acción limpiadora del fundente y del desprendimiento del unto que se aplicó sobre la pared del crisol de grafito, que también tenía como base el bórax. Las siguientes situaciones ameritan reflexión:

La primera el aumento notorio del porcentaje de oro, y la segunda, la importancia del contenido del Mn en la aleación. Según la liga cargada, el porcentaje de Mn es de 29,29% lo que hace esperar un 7,32% Mn en la aleación de oro, y tan solo se reporta un 5,45%Mn (21,48%Mn en la liga), es decir, una pérdida de 7,49%Mn. Esto explicaría en parte el aumento relativo del 6,41%Au. En fusiones anteriores se había establecido una pérdida del Au en la fusión del 1.08% Au. Otro comportamiento inesperado es el contenido de Cu igual al 7.71%, cuando se esperaba un 11.20% Cu (44.78% Cu en la liga); es decir, es como si se hubiese partido de una liga con 30.48% Cu. En todos los ensayos llevados a cabo con las ligas A₁, B₁, C₁, NL₁, NL₂ y NL_{3Z}, el contenido de Cu aumentaba

relativamente con la pérdida que sufría el Mn, Zn y el Al, elementos más reductores y que, por lo tanto, lo protegían. Esto, se reafirma con la pérdida de la Ag, que es equivalente al 12.6% Ag: como se puede prever, un contenido de Au de 80.23% y de Mn de sólo 5.45%, no es posible obtener una aleación de oro blanco grado premio. Como indica, Henderson (9), se requiere un contenido de blanqueador primario mínimo del 7.4%. En efecto, el valor promedio del índice de amarillez YI fue mayor de 19, o sea, una aleación de oro blanco grado estándar, la cual, según el Consejo Mundial del Oro, puede o no ser rodinada para comercializarlo.

7.1.3 Preparación de la carga para la fabricación de la aleación de oro blanco al Mn – Oro 3:

La carga utilizada para elaborar la aleación de oro estuvo compuesta por: Au: 69.76%, Liga NL₃Z: 27.13%, Ag: 3.10%. Se estimó un 2.13% de pérdida por fusión de la aleación. Se adiciona Ag con el fin de aumentar el valor del brillo en la aleación de oro. La fusión se realizó en el horno eléctrico de resistencia, crisol grafito, atmósfera de nitrógeno seco y no se adicionó fundente. La temperatura de colada fue de 980°C. La carga pesó 25.8g y se obtuvo un peso del producto fundido igual a 25.4g. Es decir, se presentó un rendimiento de recuperación de 98.45% y una pérdida de sólo 1.55%.

Este ensayo, figura como el más promisorio en referencia a la pérdida por fusión de la aleación. Se corrobora, la pérdida del 1% del Au. Mejor comportamiento del contenido de la plata. Su porcentaje en la liga, es según análisis, 3.86%. La liga aportaría: un 0.97% Ag + 3.10% agregado daría: 4.07% y se obtuvo 3.46%; o sea, una pérdida del 0.6%. Se observa el aumento relativo del Cu. Se esperaba un contenido de Cu=10.85% y se obtuvo un 12.85%; es decir, un aumento del 20%.

El Mn mejora su rendimiento porque se aprecia un aumento del 0.35%, el cual es inesperado. El Zn por su parte también tiene un aumento relativo del 1.7% y el Sb una ganancia muy pequeña. En cambio, el Al no aparece referenciado en el análisis. La liga NL₃Z, cuenta, según análisis con un 2.91% Al, lo cual daría en la aleación de oro un 0.73% Al. Se indica que todos estos cálculos son aproximados, ya que las variaciones de

los elementos dependen de muchos factores: entre los cuales se enumeran la manera como se toman las muestras para análisis, la fusión y sus variables, temperatura de colada, tiempo de fusión, grado de oxidación de la liga, heterogeneidad de la composición, entre otros.

Tabla 19 Composición química promedio de la aleación de oro blanco obtenida a partir de la liga C₁ Primera fusión % en peso.

Au%	Cu%	Mn%	Ag%	Zn%	Sn%	Al%	Sb%	Fe%
74.14	12.13	7.83	4.04	1.48	-	0.37	-	-
80.33	7.71	5.45	2.50	1.71	-	0.23	1.93	0.14
68,79	12,85	8,30	3,46	3,98	-	-	2,62	-

7.2 PROPIEDADES CROMÁTICAS DE LAS ALEACIONES DE ORO BLANCO

Las probetas analizadas se pulieron a 3 μm y se determinó el valor promedio de 10 medidas de las coordenadas cromáticas y del índice de amarillez YI. Los datos obtenidos de las coordenadas cromáticas se pueden observar en la tabla 20.

Tabla 20. Valores de los parámetros cromáticos del oro blanco obtenido:

ALEACION	L	a	b	YI
Muestra patrón Pt	84	0,23	7,55	16,00
Oro 1 AC	81,75	0,59	9,22	19,89
Oro 1 TT	77,02	1,35	8,88	20,63
Oro 2 AC	76,23	1,37	9,95	22,96
Oro 2 TT	80,16	1,63	11,31	24,94
Oro 3 AC	81,88	1,21	7,48	16,90
Oro 3 TT	80,78	1,18	7,76	17,47

De acuerdo con los valores promedios de L*, a* y b* y de YI, se puede indicar que las tres

aleaciones de oro blanco obtenidas se pueden clasificar como aleaciones de oro blanco al Mn porque cumplen con los criterios establecidos por la Comunidad Europea, la Sociedad MSJA de USA y el Consejo Mundial del Oro que establecen que oro blanco es aquella aleación cuyos valores cromáticos cumplen con los siguientes requisitos: $L^* > 75$, $b^* < 12$ y a^* varía entre 3.0 y - 3.0.

La aleación diseñada a partir de la liga C₁, es decir Oro 1 AC es una aleación de oro blanco de 750 milésimas grado Estándar, que según las disposiciones del Consejo Mundial del Oro puede o no ser rodinada, la aleación de oro blanco al Mn elaborada con la liga NL1 es una aleación de categoría Off White, mientras que la aleación de oro blanco al Mn fabricada a partir de la liga NL3Z se puede clasificar como una aleación de oro blanco de categoría Premio ya que cumple con los parámetros establecidos por Bagnoud et al (19) que considera que una aleación de oro blanco cuyos valores cromáticos son: $L^* > 80$ y $b^* < 10$, es una aleación de oro blanco, calidad Premio. Las aleaciones de oro blanco tratadas térmicamente sufren un cambio representativo en sus coordenadas cromáticas. En la aleación Oro 1 TT se observa un aumento del YI, de L y de b. Según Bagnoud es una aleación de oro blanco estándar. Es evidente que el tratamiento térmico utilizado influye notoriamente en la calidad del oro. Esta variación se debe principalmente a la variación en el tamaño de grano o en la redistribución del ordenamiento dendrítico. (36)

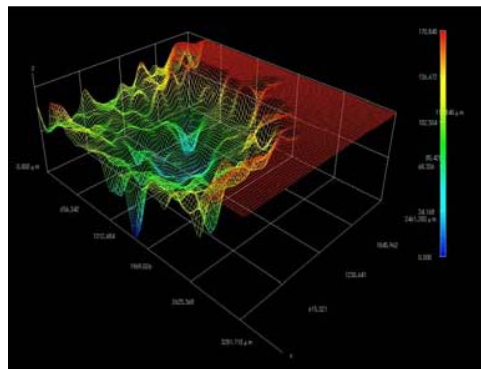
La aleación Oro 3 AC y Oro 3 TT son aleaciones de oro al Mn, de 700 milésimas de color blanco, calidad Premio, muy parecidas en su color a la aleación de oro blanco de 750 milésimas obtenida a partir de la liga C₁. El mayor valor de b^* en la aleación de oro blanco de 750 milésimas se puede deber al mayor contenido de oro (liga C₁). Mientras que el mayor valor de a^* en la aleación de oro de 700 milésimas (liga NL₃Z), se deba a la presencia del Sb que realza el poder blanqueador del Mn. Se indica igualmente que el contenido de Zn en la aleación de oro blanco liga NL₃Z se encuentra ligeramente por encima del estipulado ($Zn < 30\%$). El Zn aumenta el valor de b^* . La aleación de oro blanco Oro 3 de 700 milésimas cumple con los requisitos indicados por Bagnoud et al; (14), para ser considerada una aleación de oro blanco calidad Premio; es decir, tiene un $L^* > 80$, un

$a^* \leq \pm 2$ y un $b^* < 9$, lo cual indica que no requiere una capa de rodio para ser comercializada como artículo de joyería.

7.3 CARACTERÍSTICAS SUPERFICIALES DE LAS ALEACIONES DE ORO BLANCO.

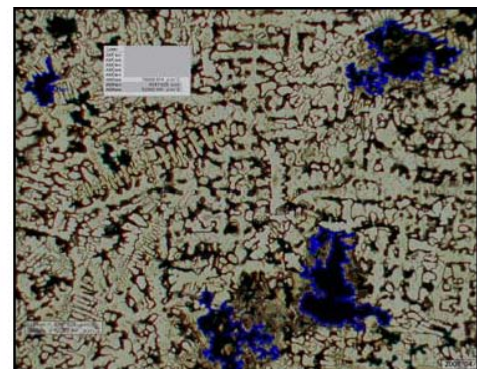
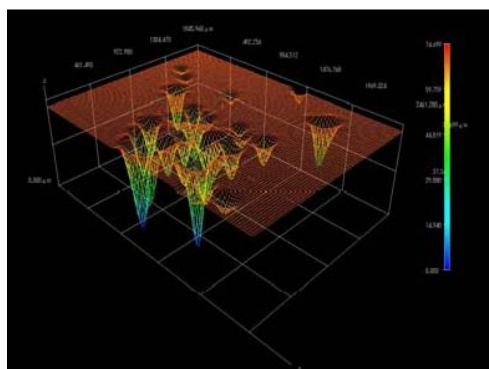
Figura 39. Evaluación de las características superficiales a) Oro 1 AC, b) Oro 1 TT, c) Oro 2 AC, d) Oro 2 TT, e) Oro 3 AC, f) Oro 3 TT

39.1 Oro 1 AC



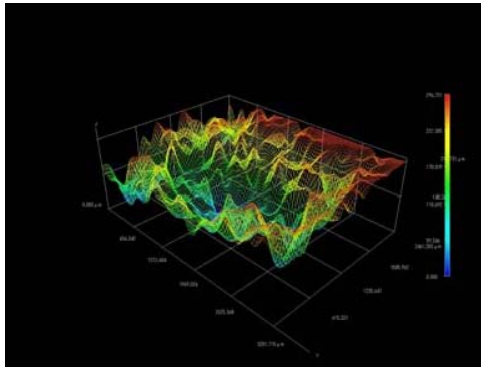
a b

39.2 Oro 1 TT

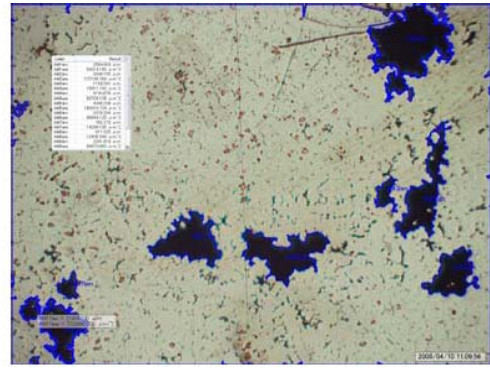


a b

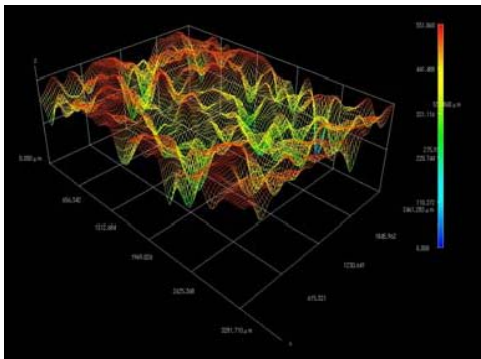
39.3 Oro 2 AC



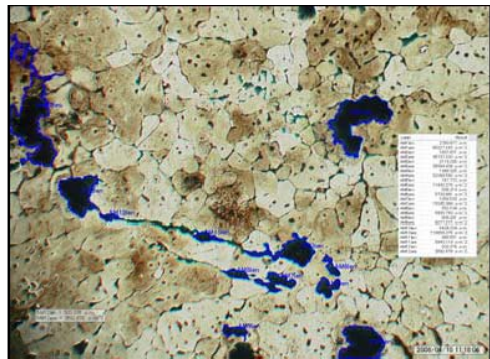
a b



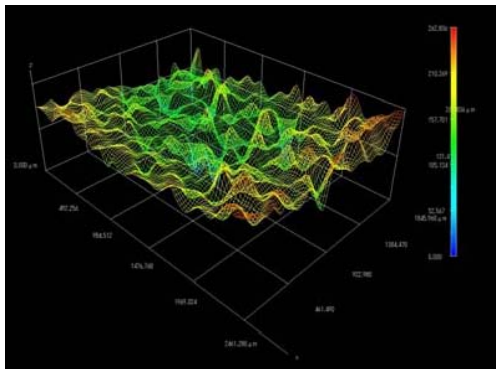
39.4 Oro 2 TT



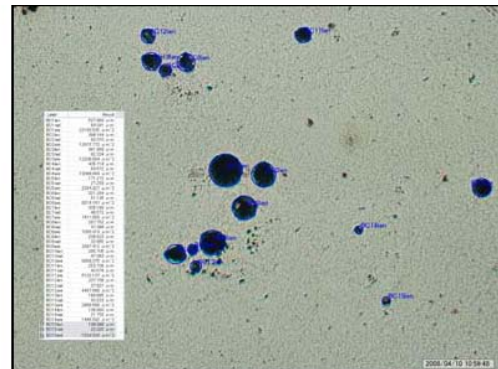
a b



39. 5 Oro 3 AC

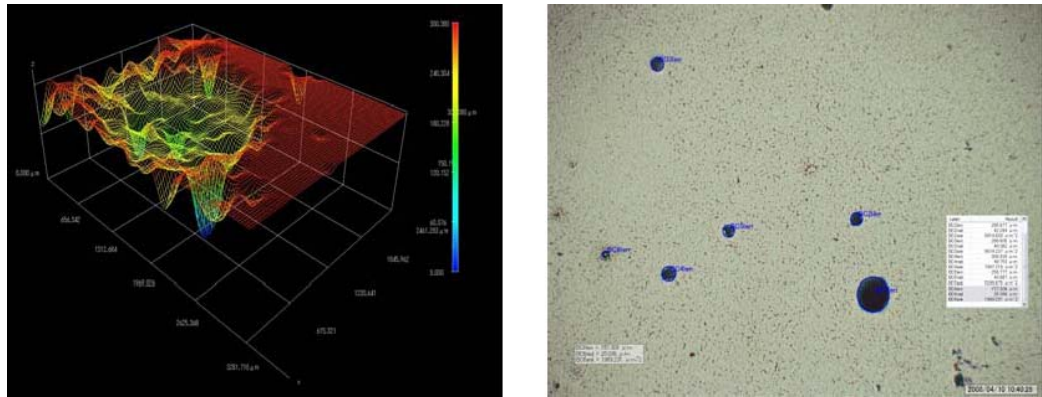


a



b

39. 6 Oro 3 TT



a b

En la figura 39.1 a se aprecia la presencia de poros irregulares los cuales tienen diferentes distribuciones de relieve en su interior, teniendo como característica principal que en conjunto forman poros de gran diámetro y profundidad (aproximadamente $170\mu\text{m}$ de profundidad y $2000\mu\text{m}$ de diámetro). Este defecto superficial influye considerablemente en la estimación del color de la aleación y en la toma de la microdureza. (36) En la aleación de oro al Mn Oro 1 tratada térmicamente se observa una topografía relativamente homogénea con presencia de gran cantidad de poros en forma de colonias distribuidos en zonas aisladas y en pequeñas agrupaciones. Los poros presentan una forma irregular en los que su diámetro promedio varía dentro de un rango comprendido entre 160 y $500\mu\text{m}$, y la profundidad de sus valles puede alcanzar un valor máximo de $75\mu\text{m}$.

En la aleación Oro 2 AC se presenta una distribución no homogénea de poros en forma irregular (ver imagen b) describiendo un relieve con cimas y valles bastantes profundos como se puede apreciar en las reconstrucciones a y b. Estos poros muestran en promedio un diámetro de $3000\mu\text{m}$ y una profundidad aproximada de $300\mu\text{m}$ como se aprecia en la reconstrucción de la malla a, esta aleación presenta múltiples defectos en su topografía, por lo tanto se puede afirmar que es una aleación de mala calidad. En la aleación tratada térmicamente se distingue una distribución uniforme de poros con morfología de tendencia equiaxial y áreas que se encuentran dentro del rango de 1500 A $23000\mu\text{m}^2$ y profundidades de 65 A $160\mu\text{m}$. Los poros más profundos se pueden apreciar en las reconstrucciones a y b en colores de las gamas de los azules (a mayor profundidad se denota con azules oscuros). Estos poros se distribuyen en forma homogénea en la superficie de la probeta analizada, sin llegar a formar colonias que puedan dar origen a grietas como se observa en la imagen b.

La aleación Oro 3 tratada térmicamente (figura 39.6) presenta muy poca cantidad de poros en comparación con la muestras del Oro 1 y Oro 2, los cuales poseen una morfología equiaxial y una mayor distancia de separación. Los poros presentes tienen diámetros aproximados a las 50 μm , y uno con un diámetro de 2000 μm con una profundidad de 301 μm , mientras que los demás tienen una profundidad aproximada de 140 μm , ver imagen 39.6 b.

7.3.1. Rugosidad: Los resultados obtenidos en las reconstrucciones 3D anteriores se confirman al evaluar la rugosidad de la aleación. Es evidente que el acabado final y la textura superficial del oro influyen en la reflexión de la luz y así mismo en el color obtenido. La rugosidad presenta un valor promedio obtenido por la media de 10 mediciones y se puede observar en la tabla 21.

Tabla 21. Rugosidad de las aleaciones de oro blanco al Mn.

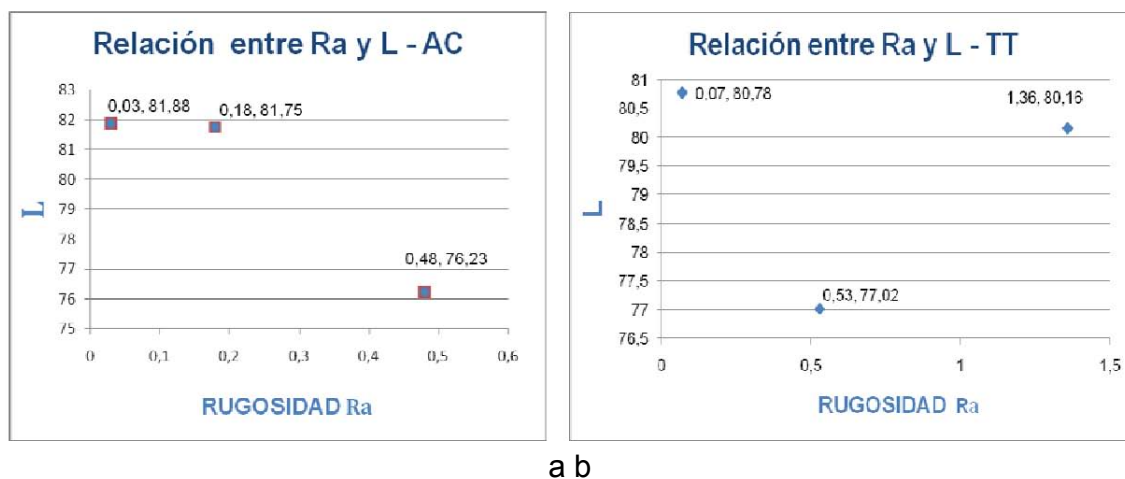
ALEACION	Oro 1 AC	Oro 1 TT	Oro 2 AC	Oro 2 TT	Oro 3 AC	Oro 3 TT
Ra	0,18 μm	0,53 μm	0,48 μm	1,36 μm	0,03 μm	0,07 μm

Al comparar los perfiles obtenidos en la aleación Oro 1, se aprecia un fuerte aumento de la rugosidad, debido a la presencia de una colonia de poros de mayor profundidad y dimensiones, esta característica afecta directamente las propiedades cromáticas de la aleación, ya que influye en el aumento del valor del Índice de Amarillamiento en detrimento de la calidad final. (41) Al comparar los perfiles obtenidos de la muestra Oro 2 en estado fundido y tratada térmicamente, se aprecia un fuerte aumento de la rugosidad, debido a la presencia de un grupo de poros de mayor profundidad y dimensiones, en la muestra tratada térmicamente se aprecia la aparición de picos mucho más altos y discontinuidades claramente diferenciables.

La aleación Oro 3 en estado fundido y tratada térmicamente presente un buen acabado superficial, es decir la rugosidad esta en el rango de 0,03 a 0,07. Estas características son las responsables del buen color que posee la aleación, debido a la textura superficial y

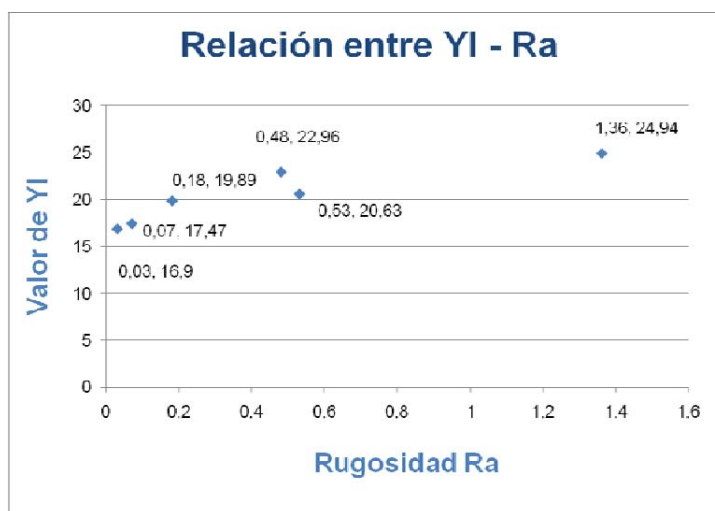
menor cantidad de poros que presenta.

Figura 40 a y b. Relación entre Ra y L en estado fundido y tratada térmicamente



Según Raykhtsaum (35) el acabado superficial y la rugosidad de la aleación afecta directamente la lectura del color. En la figura 40a se observa la relación directa entre el grado de rugosidad y el valor de L, en la figura 40b se relaciona la rugosidad y el valor de L en estado de tratamiento térmico.

Figura 41. Relación entre YI y Ra en estado fundido y tratada térmicamente



En la figura 41 se observa la relación entre la rugosidad y el valor de YI. A medida que disminuye la rugosidad disminuye el valor de YI, lo cual se traduce en una aleación de oro blanco de alta calidad cromática.

7.4 PROPIEDADES MECÁNICAS.

7.4.1 Dureza: La Tabla 22 muestra los valores de dureza de la aleación de oro blanco. La dureza HRB se obtuvo mediante una carga de 100gr y una bola como indentador, con aproximadamente 1.5mm de diámetro.

Tabla 22. Valores de dureza de la aleación de oro blanco de 750 milésimas. Liga C₁

No de medida		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Promedio
ORO 1 AC	HRB	57	59	58	60	71	79	76	72	81	81	69,4
	HV ₁	97	99	98	124	143	149	146	140	151	151	129,8
	HV ₂	180	159	190	150	177	176	157	165	164	185	170,3
ORO	HRB	75	63	81	60	71	82	76	71	83	85	74,7

1 TT	HV ₁	186	146	197	175	185	186	185	186	185	170	180,1
	HV ₂	183	165	186	181	157	198	153	177	165	178	174,3
ORO 2 AC	HRB	60	53	40	41	53	49	54	61	42	44	49,4
	HV ₁	107	97	84	85	97	95	96	94	93	99	94
	HV ₂	123	123	154	111	107	107	109	100	143	122	114
ORO 2 TT	HRB	65	65	61	65	57	59	61	60	64	67	62,3
	HV ₁	145	134	156	145	137	135	133	123	156	145	139
	HV ₂	123	154	123	122	122	121	165	134	154	121	126
ORO 3 AC	HRB	77	86	81	75	74	73	77	72	71	76	76,5
	HV ₁	208	201	198	187	189	199	200	203	187	175	200
	HV ₂	176	189	208	177	188	202	189	205	175	174	194
ORO 3 TT	HRB	77	76	78	82	85	89	86	74	72	71	75,2
	HV ₁	178	186	189	200	182	187	181	182	199	174	185
	HV ₂	165	178	164	189	198	174	172	170	175	176	176

En la matriz de la aleación de oro blanco están presentes compuestos duros, esto hace que la medida de la HRB se considere más representativa. Los valores de dureza obtenidos se consideran según Susz (47), adecuados para aleaciones de oro. Se observa una marcada diferencia con los datos obtenidos de la muestra en estado fundido, debido

al proceso de homogenización y su influencia en el espaciamiento interdendrítico.

Se observa que al aumentar el DAS (Espaciamiento Interdendrítico) aumentan los valores de HV. Además algunos autores, entre ellos Susz (47) atribuyen este endurecimiento a la precipitación de la fase Au_3Zn y al ordenamiento de la fase $AuCu$. Como se esperaba, la dureza promedio de la aleación de Oro 2 es mucho menor que la obtenida a partir de la liga C1. Según la literatura, esta dureza es baja para la fabricación de joyas en aleaciones de oro.

7.4.2 Resistencia a la Tracción: En la tabla 23 se muestran los datos obtenidos en el ensayo de Tracción. Las probetas obtenidas por moldeo se mecanizaron antes de someterlas al ensayo de tensión. Ver anexo A.

Tabla 23. Datos de tracción – datos del oro

Aleación	R. máx. a la Tensión [MPa]	Elongación [%] Promedio
Oro 1	228.7	5.24
Oro 2	238.9	5.47
Oro 3	347.8	6.99

McCloskey* atribuye este comportamiento, la baja ductilidad y fragilidad a la presencia del Al.

Fotografía 2. Detalle de las probetas de tracción utilizadas para el ensayo.



7.5 PROPIEDADES METALÚRGICAS

7.5.1 Colabilidad: La temperatura de colada fue determinada con un sobrecalentamiento igual a: 50°C. Los datos obtenidos en las diferentes aleaciones se pueden observar en la tabla 24. Los cálculos para determinar el % de colabilidad se hicieron de acuerdo a la ecuación.

$$\%de.colabilidad = \frac{MR*100}{MI} [2]$$

Donde:

MR = Peso de la probeta fundida

MI = Peso calculado de la probeta completamente llena.

Tabla 24. Datos de la colabilidad en la aleación de Oro blanco al Mn

Aleación	Temperatura de colada	Colabilidad %
Oro 1	1020 °C	100
Oro 2	1020 °C	100
Oro 3	1020 °C	100

Las tres aleaciones presentan un alto porcentaje de colabilidad, llenando un 100%. La colabilidad que se esperaba para estas aleaciones cumple con las expectativas planteadas ya que el contenido de Zinc facilita la fluidez en las aleaciones debido a que disminuye la tensión superficial de las mismas. (37) Ver fotografía 3.

Fotografía 3 Probeta de colabilidad



Oro 1 Oro 2 Oro 3

Se aprecia en la fotografía que las tres aleaciones presentan un alto porcentaje de colabilidad, llenando un 100%. Lo cual es un resultado muy satisfactorio que determina la calidad del oro blanco elaborado, ya que se hace adecuado para el proceso por microfundición.

7.5.2. Susceptibilidad al agrietamiento en caliente: Esta propiedad se evaluó inmediatamente después de finalizar el proceso de microfundición. Los resultados obtenidos se interpretan de manera cualitativa y se pueden apreciar visualmente en la fotografía 4.

Fotografía 4. Susceptibilidad a la grieta en caliente



Oro 1 Oro 2 Oro 3

Los resultados obtenidos de la susceptibilidad a la grieta en caliente son satisfactorios ya que la aleaciones no presentaron agrietamiento durante la solidificación. Solo presenta algunos defectos copiados del modelo en cera que no estaba completamente perfecto.

7.5.3. Tamaño de Grano: La medición de tamaño de grano se realizó bajo la norma ASTM E 1382 – 97 “Standard Test Methods for Determining Average Grain Size” utilizando el método de comparación o directo.

Fotografía 5. Tamaño de grano de las aleaciones de oro blanco al Mn

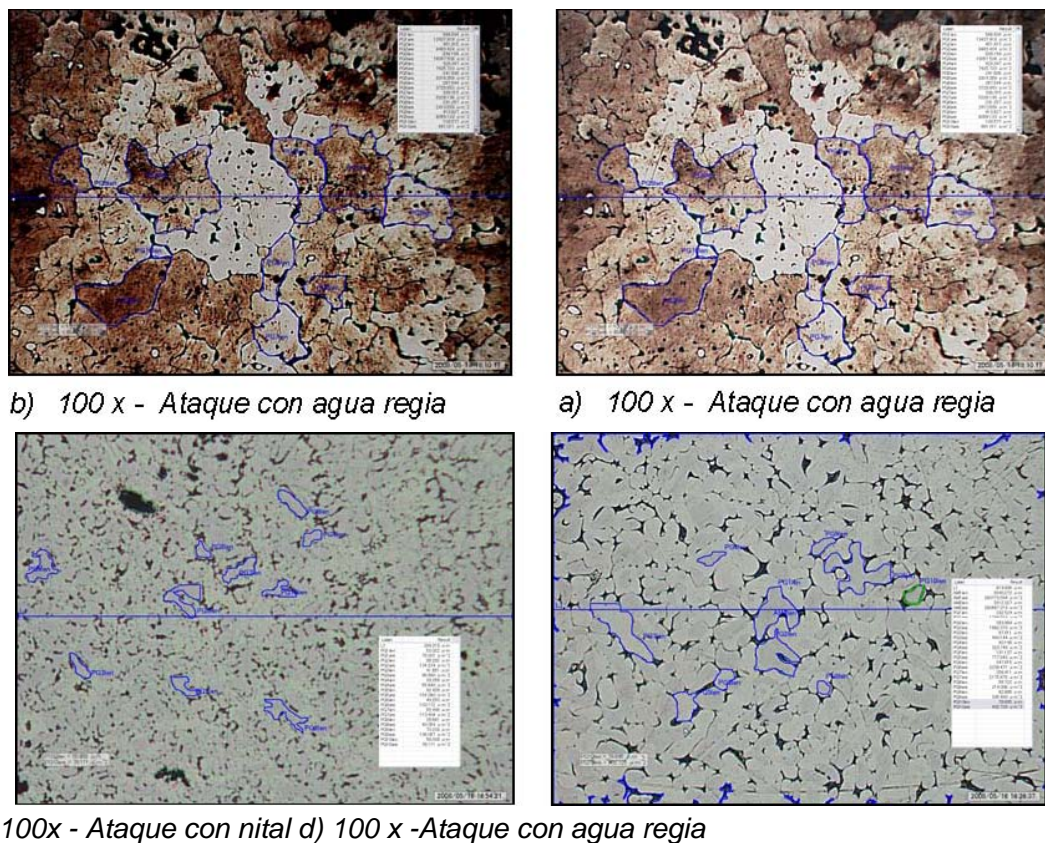


Tabla 25. Tamaño de grano de las aleaciones de oro blanco al Mn.

Aleación	Oro 2 AC	Oro 2 TT	Oro 3 AC	Oro 3 TT
Longitud	806, 946	819,923	264, 319	614,936
Tamaño de grano	3,5 - 4	3,5 -3	10-10,5	7 -7,5

En la tabla 25 se observan los valores de tamaño de grano obtenidos en las diferentes aleaciones de oro blanco al Mn elaboradas. La aleación Oro 3 AC presenta un valor de

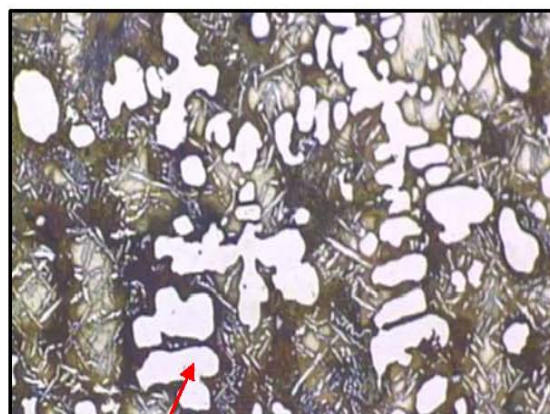
tamaño de grano entre 10 y 10.5, este valor se asocia al buen color y características mecánicas, metalúrgicas y superficiales que presenta la aleación. Según Susz (47) a medida que disminuye el tamaño de grano, aumentan las propiedades metalúrgicas de las aleaciones de oro blanco y el color determinando la calidad de la aleación.

7.6 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

7.6.1. Aleación de oro blanco al Mn en estado fundido

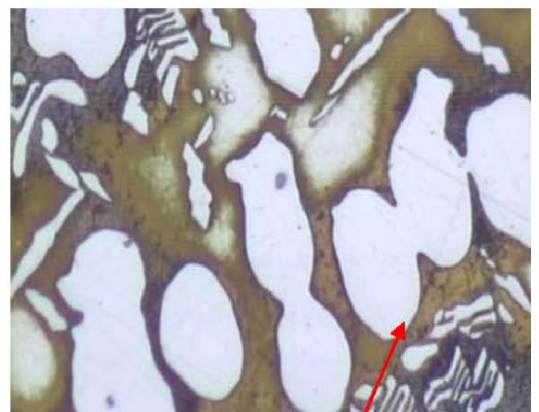
a- **Microscopia Óptica:** La microestructura de la aleación de oro blanco al Mn en estado fundido se muestra en la figura 42.

Figura 42. Microestructura del Oro blanco elaborado con la liga C₁



100X- Ataque Agua Regia

Dendritas



500X- Ataque Agua Regia

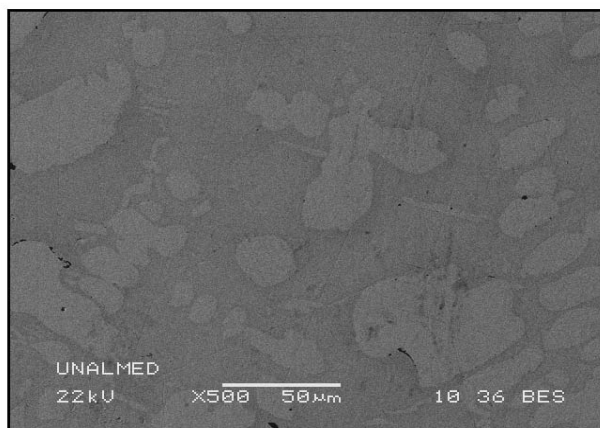
Eutético interdendrítico

En la figura 42 a) se observa una microestructura constituida por una fase primaria o pro eutética de solución sólida rica en oro (Au), y un eutético interdendrítico segregado. En 42 b) se aprecia claramente una gran cantidad de eutético. La fase primaria presenta una morfología dendrítica no facetada (zona clara), mientras que el eutético es de tipo laminar. Cabe resaltar que la estructura dendrítica es afectada por el mecanismo de microsegregación y por los defectos de microporosidades, influyendo así en la calidad del

oro blanco obtenido. (41)

b- Microscopia Electrónica de barrido: La microestructura revelada mostró las características de una aleación de oro en estado fundido con crecimiento dendrítico de contornos irregulares sin mostrar alguna orientación preferencial, reflejando así la estructura anisotrópica de las dendritas. Esta zona corresponde a una fase rica en Au aproximadamente del 76%, mientras que la región interdendrítica corresponde a la fase oscura constituida por una variedad de elementos, entre ellos Au, Cu, y en menor proporción Mn, Zn y Ag.

Figura 43. SEM Oro Blanco elaborado con la liga C₁



a. 500x – Ataque con Agua regia diluida

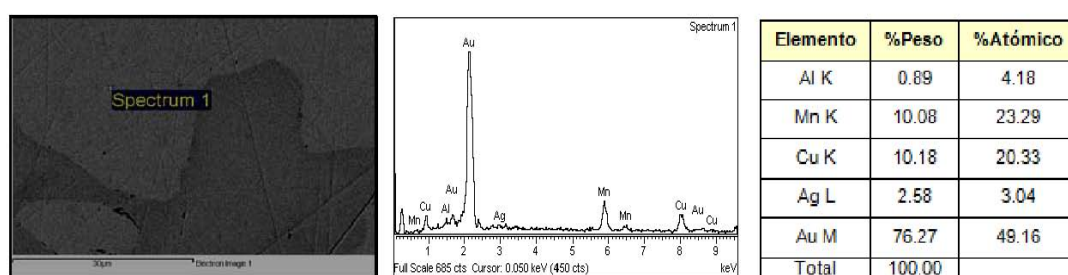
Las dendritas primarias se forman en el momento de la solidificación ya que el gradiente de temperatura era negativo en el líquido, es decir el caso de la solidificación de esta aleación el gradiente de temperatura real es menor que el gradiente de temperatura crítico por eso se da la formación de protuberancias que crecen preferencialmente y dan la morfología dendrítica. También puede observarse que además de la morfología de árbol se presenta una morfología de placas alargadas que se adelgazan hasta las puntas sin ramas laterales. Se pueden observar también dendritas secundarias. Además en el momento de la solidificación debió tenerse un mayor subenfriamiento constitucional para dar la formación de dendritas y una vez formadas las dendritas el subenfriamiento era menor lo que dio la formación de placas alargadas. La figura 44 a.b. muestra la

composición de las fases presentes.

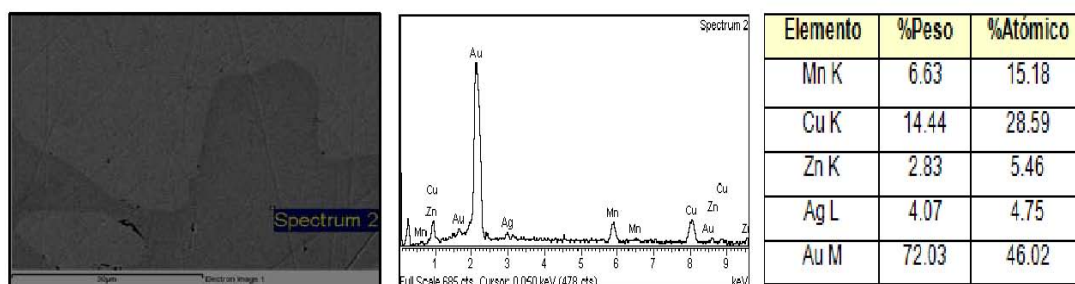
a. Fase Clara

Figura 44. Composición química de las fases presentes.

a. Fase Clara

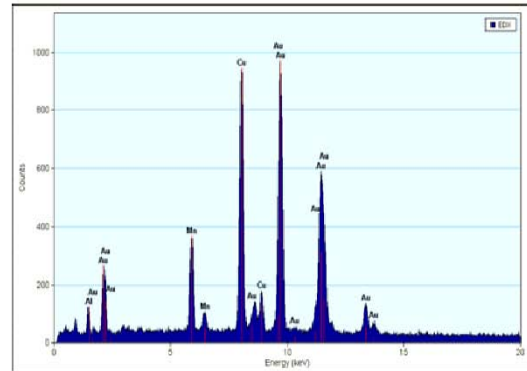
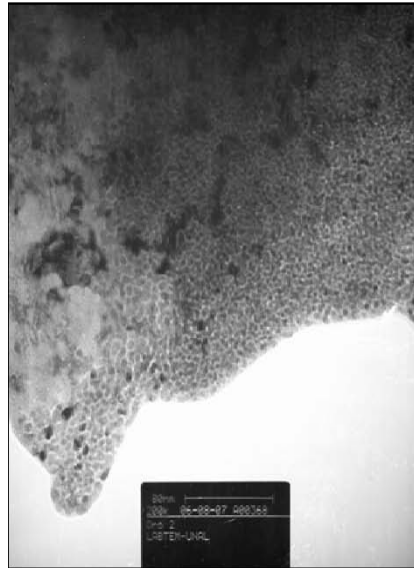


b. Fase oscura



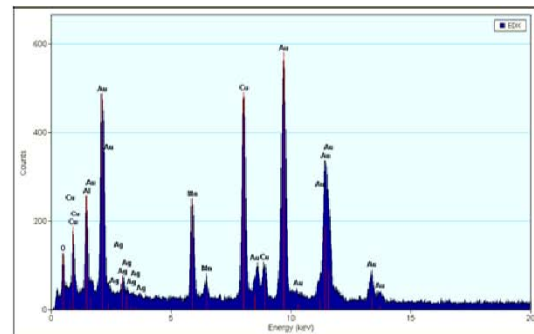
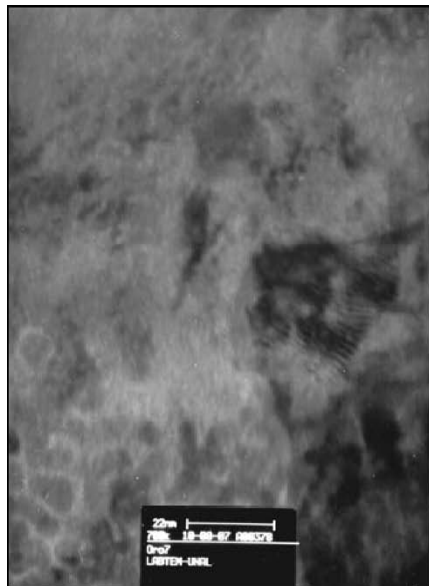
c- Microscopia Electrónica de Transmisión: En las imágenes tomadas en el TEM se puede visualizar más claramente la formación subdendrítica y su composición. Cabe aclarar que los diagramas de equilibrio, solo dan información sobre la naturaleza y la composición de las fases homogéneas que coexisten en cada etapa de la solidificación, pero no dan indicaciones sobre la morfología de la estructura cristalina. Por eso, se resalta la importancia de la toma de imágenes en el TEM, ya que el entendimiento del mecanismo de germinación y el crecimiento de las dendritas o de los granos eutécticos que determinan la estructura de la solidificación, son de gran importancia para establecer la aparición o no de defectos y el mejoramiento de las propiedades de los productos moldeados.

Figura 45. Imágenes obtenidas del TEM

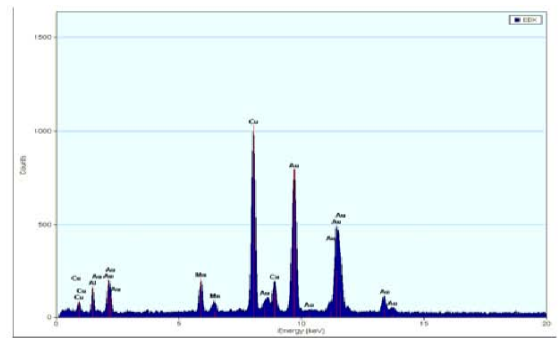
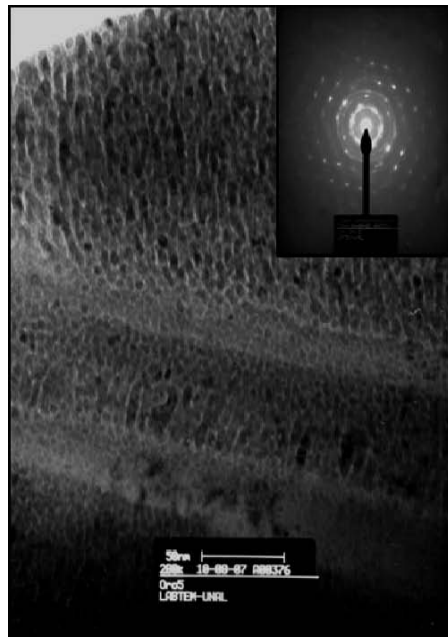


Element	Weight %	Atomic %	Uncertainty %	Detector Correction	k-Factor
Al(K)	0.556	2.485	0.026	0.965	1.040
Mn(K)	5.717	12.546	0.076	0.993	1.451
Cu(K)	21.477	40.746	0.160	0.997	1.757
Au(L)	72.248	44.221	0.401	0.753	5.950

A

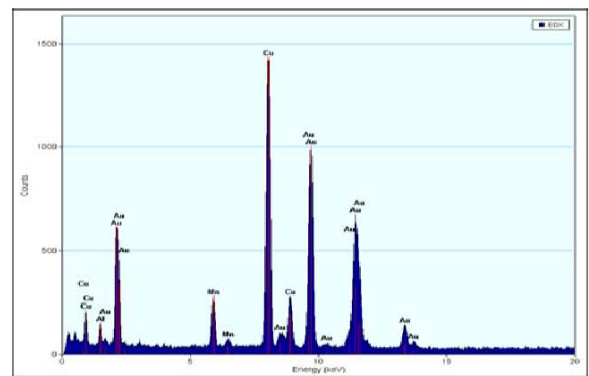
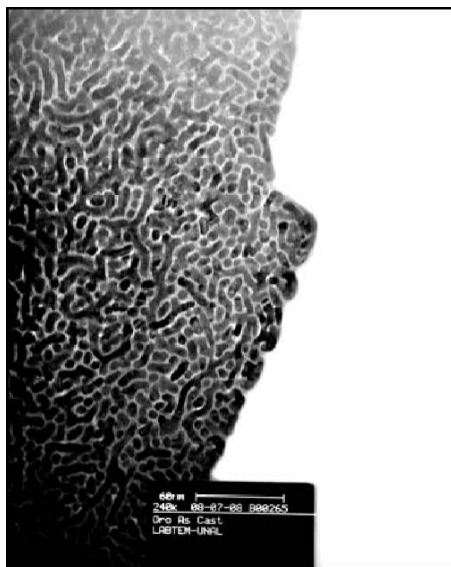


Element	weight %	Atomic %	Uncertainty %	Detector Correction	k-Factor
O(K)	0.654	4.888	0.047	0.514	1.980
Al(K)	1.878	8.322	0.053	0.965	1.040
Mn(K)	5.132	11.164	0.095	0.993	1.451
Cu(K)	15.069	28.340	0.145	0.997	1.757
Ag(L)	0.808	0.895	0.038	0.938	2.789
Au(L)	76.456	46.389	0.572	0.753	5.950



Element	weight %	Atomic %	Uncertainty %	Detector Correction	k-Factor
Al(K)	0.394	1.729	0.019	0.965	1.040
Mn(K)	2.858	6.152	0.052	0.993	1.451
Cu(K)	27.013	50.260	0.174	0.997	1.757
Au(L)	69.732	41.857	0.404	0.753	5.950

C



Element	weight %	Atomic %	Uncertainty %	Detector Correction	k-Factor
Al(K)	1.019	4.407	0.032	0.965	1.040
Mn(K)	2.885	6.125	0.052	0.993	1.451
Cu(K)	26.200	48.083	0.186	0.997	1.757
Au(L)	69.893	41.383	0.451	0.753	5.950

D

En la figura 45a) Oro elaborado con la liga C1 en estado as cast tomada a 200KX en la cual se puede observar la estructura dendrítica típica de estas aleaciones. 45b) Detalle a 700KX de las dendritas, nótese que existe una fase eutéctica laminar rodeando los brazos

de las dendritas.

En la imagen 45c) puede verse una agrupación de dendritas con una orientación regular en sentido del avance de la solidificación, estas subdendritas están conformadas por una nano segregación de partículas de cobre y los demás elementos que conforman la liga. El solvente, en este caso el oro, que corresponde al 75% de la aleación; esta rechazando al soluto (la liga), durante el subenfriamiento de la aleación, los clusters de oro alcanzan el tamaño ideal para convertirse en cristales; en ese momento, comienza la solidificación del oro, y al encontrarse con los elementos que conforman la liga los va rechazando hacia los lados, formando así las dendritas. (38) En la parte central encontramos colonias de dendritas con tamaños nanométricos con una orientación a lo largo del eje principal de la dendrita probablemente [100] como es característico para la formación de dendritas en metales FCC, donde los átomos de oro, cobre silicio y aluminio debieron acomodarse manteniendo una relación de orden de largo alcance. Ya en el caso del Mn puede resaltarse que no forma solución sólida con el Au, estas subdendritas están conformadas por una nano segregación de partículas de cobre y los demás elementos que conforman la liga. Ya en la periferia de la dendrita encontramos una morfología en forma de bastones orientados preferencialmente hacia el frente de solidificación. Cabe resaltar que las partículas también están en escala nano(3-5nm). Analizando los espectros de EDS se confirma que durante la solidificación ocurre una redistribución de soluto en donde el cobre, y el manganeso están siendo de una forma rechazados por estar en exceso comparados con una composición de equilibrio.

Esta morfología de minimización de energía que estos elementos adoptan es visible en la orientación de estos bastones hacia el frente de solidificación en la interfase sólido-liquido, lo cual es confirmado por los EDS en donde se detectó la presencia de Mn, Si y Cu en mayor cantidad. En la parte superior se adjunta el patrón de difracción correspondiente a la región de las dendritas orientadas preferencialmente en donde se pueden ver puntos fuertemente difractando, correspondientes a pocos cristales (centro dendrita) y anillos difusos correspondientes a muchos cristales difractando al mismo tiempo (periferia). En la figura d se observa una estructura espinodal producida durante el

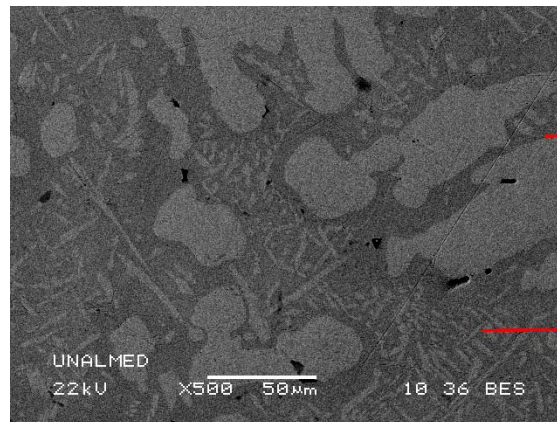
proceso de enfriamiento que fue demasiado rápido lo que no permitió un mayor ordenamiento en la estructura de la aleación, además se caracteriza por presentar cierto grado de heterogeneidad estructural consistente en la formación de una fase dispersa, en una matriz constituida por la fase mayoritaria Au-Cu. (38). Se observan bastoncillos sin un orden regular, en esta parte de la dendrita ya hay mayor rechazo de soluto; es decir, que los otros elementos se están acomodando en una forma poco organizada, debido a que se presenta una reacción orden desorden en el límite entre el sólido y el líquido rechazando los átomos desde el sólido hacia el líquido. La fase dispersa presenta un aspecto de canales nanométricos (aproximadamente 5 nm) con formas más o menos irregulares. En este caso particular de la separación de fases líquidas, la condición de equilibrio puede formularse en términos de la energía libre como cero en el plano temperatura-composición, es decir la estabilidad local de una fase depende de la variación de la energía libre resultante de la agrupación de especies constituyentes.(39)

En las imágenes se observa muy claramente el crecimiento de las dendritas que se efectúa según determinadas direcciones privilegiadas. En las estructuras cúbicas de caras centradas, se opera según la familia de direcciones $[1\ 0\ 0]$, pero si se produce algún cambio en las condiciones bajo las cuales se llevan a cabo los intercambios térmicos o la difusión, la dirección de crecimiento privilegiada cambia, apareciendo otra o varias, más favorables, que darán origen a otras dendritas.

7.6.2. Análisis Microestructural de la aleación de oro blanco al Mn Oro 1 Tratada Térmicamente.

a- Microestructura electrónica de Barrido

Figura 46. SEM Oro Blanco elaborado con la liga C₁ TRATADA TÉRMICAMENTE



a. 500x – Ataque con Agua regia diluida

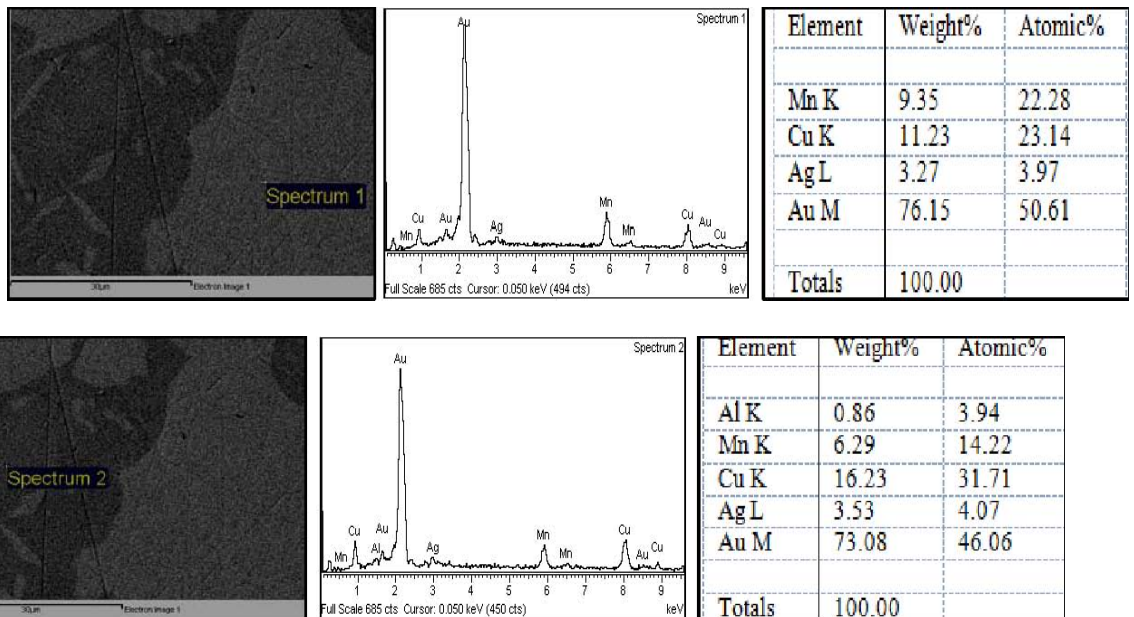
Cuerpo de la dendrita

Precipitados interdendríticos

Mediante el análisis de la imagen por microscopía electrónica de barrido a 500x se revela un conjunto dendrítico de contornos más regulares y con un espaciado más amplio con respecto a la microestructura en estado fundido, pero igualmente no presenta alguna orientación preferencial, reflejando así la estructura anisotrópica de las dendritas. Se distinguen claramente dos fases, una fase está compuesta por una matriz homogénea de Au-Cu principalmente y una región interdendrítica constituida por un eutéctico de tipo laminar. (44)

Figura 47. Detalles de las fases

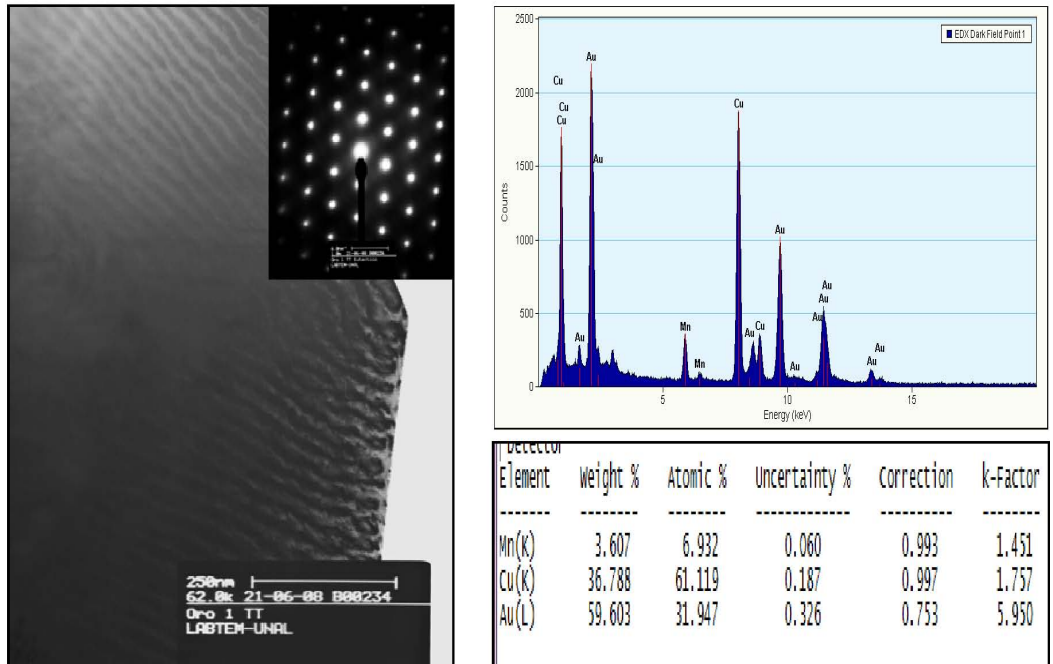
- a. Fase clara correspondiente a una dendrita.
- b. Fase oscura, correspondiente a la matriz



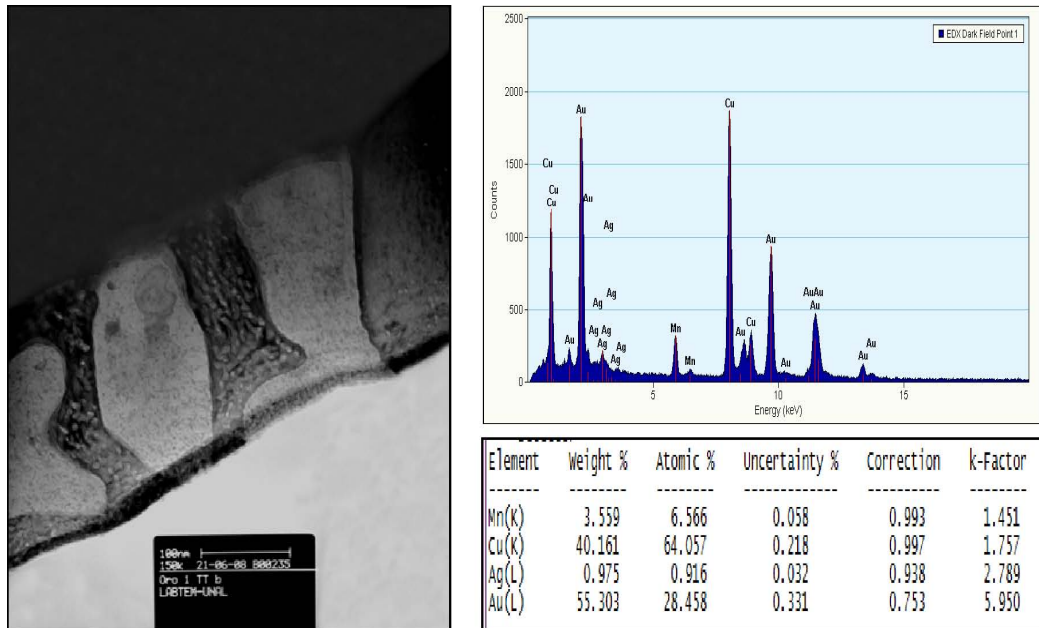
Se observa una clara diferencia entre la fase primaria dendrítica, ya que tiene un mayor porcentaje de oro 76%, y la matriz donde se encuentra segregado el eutéctico laminar, donde se presenta un porcentaje aunque bajo de Al. La presencia del Al puede ser el responsable del aumento de la dureza en la aleación.

- b- **Microscopia Electrónica de Transmisión:** La utilización de este tipo de técnica no convencional, permite aclarar el comportamiento y el estudio de los cambios de fase, y entender más fácilmente la precipitación de una segunda fase, responsable de las variaciones en las propiedades mecánicas de la aleación. Esta precipitación comúnmente resulta de la descomposición de una solución sólida sobresaturada durante el enfriamiento de la aleación. Por lo tanto, el control microestructural de la aleación.

Figura 48. Imágenes TEM



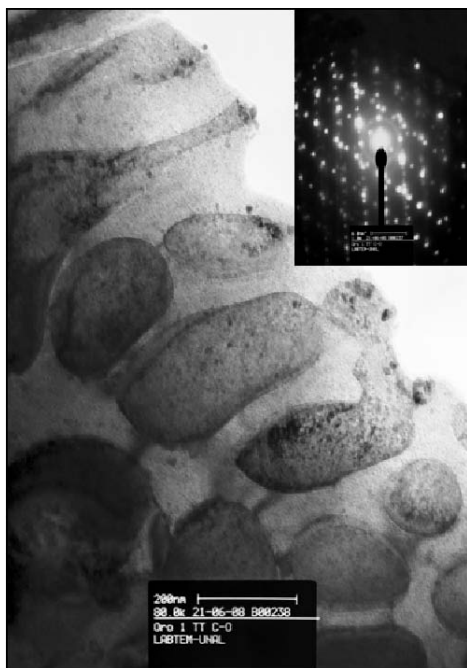
A



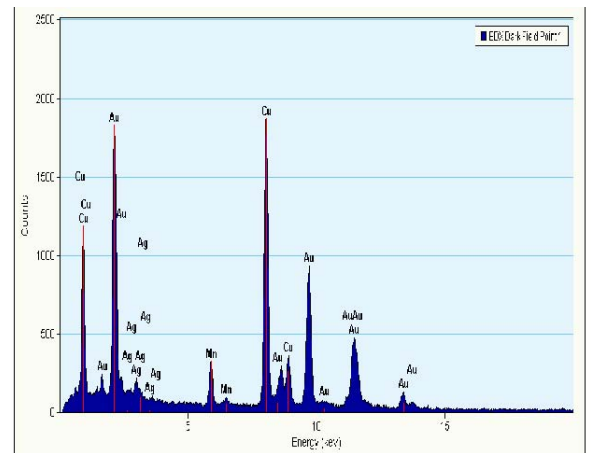
En esta figura 48a) se observa una fase eutéctica laminar compuesta por Au-Cu y los demás elementos en menor proporción con su respectivo patrón de difracción, el cual

confirma que después de tratar térmicamente la aleación, ésta sufre un reordenamiento estructural. Este patrón corresponde a una estructura FCC y la familia de planos es la [2 0 0]. En la figura 48b) se observan dos fases claramente diferenciables, una fase clara rica en Au, y otra fase oscura compuesta por los demás elementos que conforman la aleación de estructura espinodal que posee alto grado de conectividad y regularidad en su distribución y tamaño de las fases separadas.

La descomposición espinodal se ha asociado a sistemas que presentan una laguna de inmiscibilidad, esta técnica permitió verificar este tipo de descomposición en la aleación de Oro blanco al Mn. Una de las características típicas de este tipo de comportamiento es que la composición de las fases descompuestas cambia con el tiempo hasta alcanzar su valor de equilibrio.



C



Detector					
Element	Weight %	Atomic %	Uncertainty %	Correction	k-Factor
Mn(K)	3.559	6.566	0.058	0.993	1.451
Cu(K)	40.161	64.057	0.218	0.997	1.757
Ag(L)	0.975	0.916	0.032	0.938	2.789
Au(L)	55.303	28.458	0.331	0.753	5.950

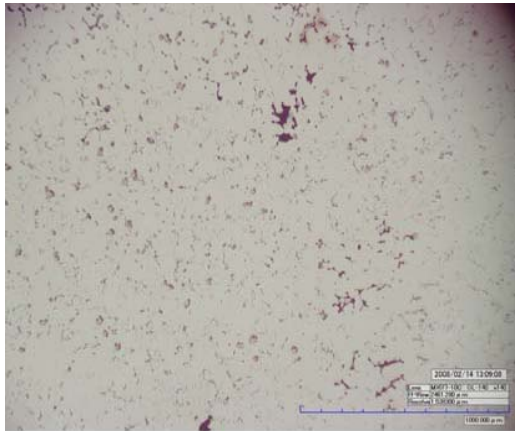
En la figura 48c) se observan dos fases, la matriz de color claro, y la oscura compuesta por los demás elementos de aleación. Esta fase presenta una estructura redondeada debido al reordenamiento durante el proceso de enfriamiento. En el patrón de difracción adjunto en la figura, se aprecia una doble difracción causada porque el tratamiento de homogenización no logró disolver en su totalidad el solvente remanente segregado en la matriz.

7.6.3 Análisis Microestructural de la aleación de oro blanco al Mn Oro 2 en estado fundido.

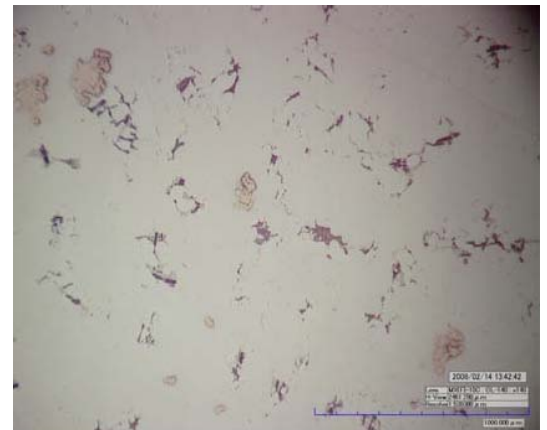
a-Microscopía Óptica

Las figuras 49 a.b.c.d, 80 a. y 81 a.b. muestran la microestructura de la aleación de oro.

Figura 49 a.b.c.d. Microestructura de la aleación de oro obtenida con liga NL₂



a. 140x – Ataque con Nital al 4% para revelar los precipitados

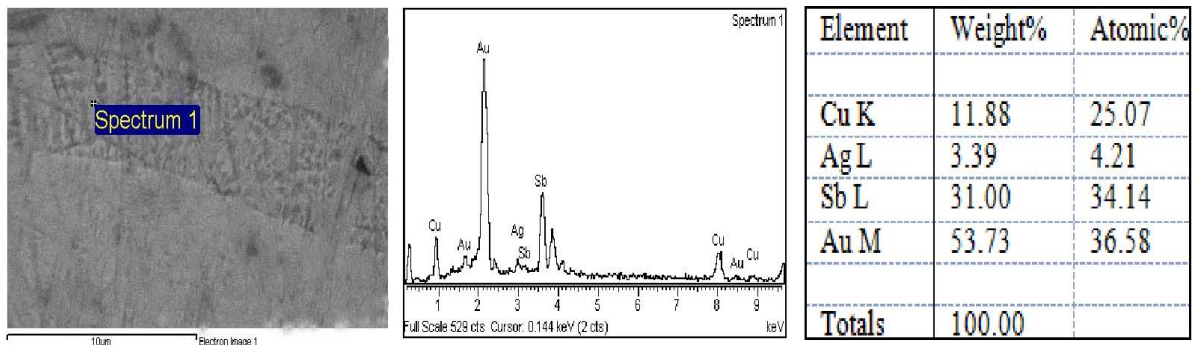


b. 700x – Ataque con Nital al 4% para revelar los precipitados

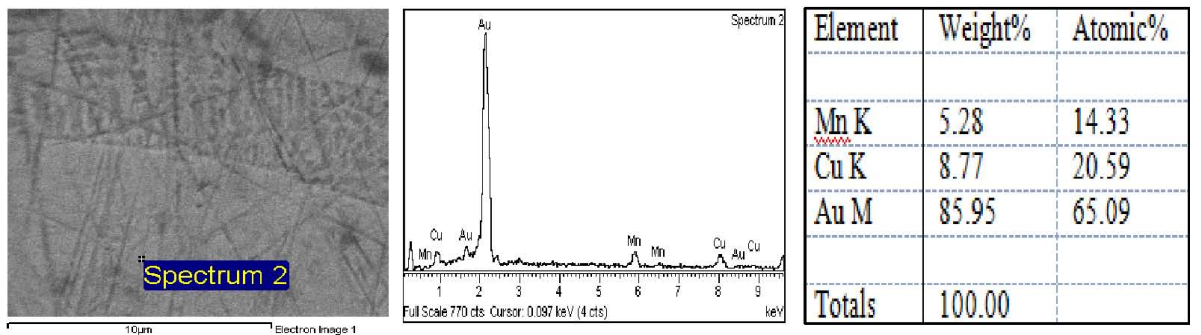
Para revelar los precipitados que se encuentran en los bordes de grano de esta aleación inicialmente se atacó con Nital al 4%. Se observa en detalle este tipo de precipitado que está compuesto de un eutéctico Au + AuSb₂. Para determinar la composición química de los precipitados observados en la aleación de oro, se tomaron algunas imágenes con ayuda del Microscopio Electrónico de Barrido.

Figura 50. Detalle de los precipitados encontrados en la microestructura de la aleación de oro

a) Zona de los precipitados

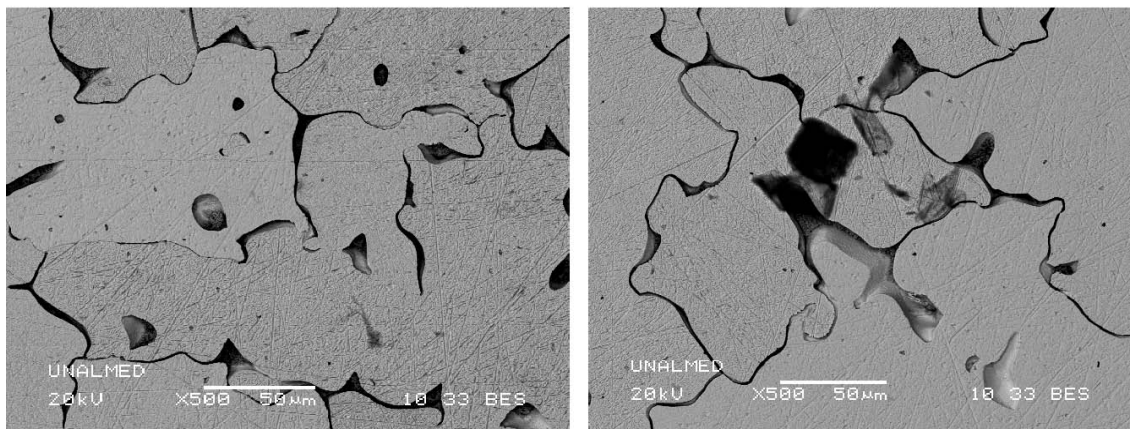


b) Detalle de la composición de la matriz



Los precipitados están compuestos principalmente por oro, antimonio, cobre y en menor proporción por la plata. Mientras que la matriz está compuesta principalmente por Au y la fase CuMn. Adicionalmente se atacó la aleación con Agua regia y el resultado se observa en la figura 51 tomada por SEM.

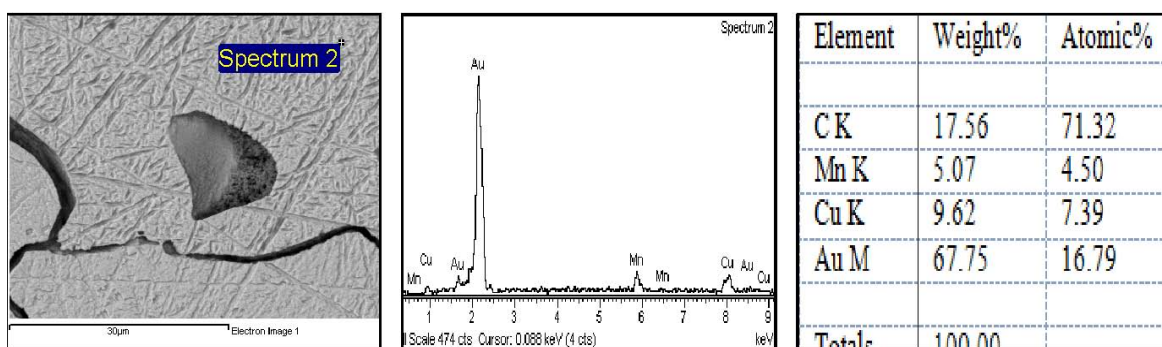
Figura 51 a.b.c. Microestructura de la aleación de oro obtenida con liga NL₂



a.. 500x – Ataque con Agua regia b.. 500x – Ataque con Agua regia

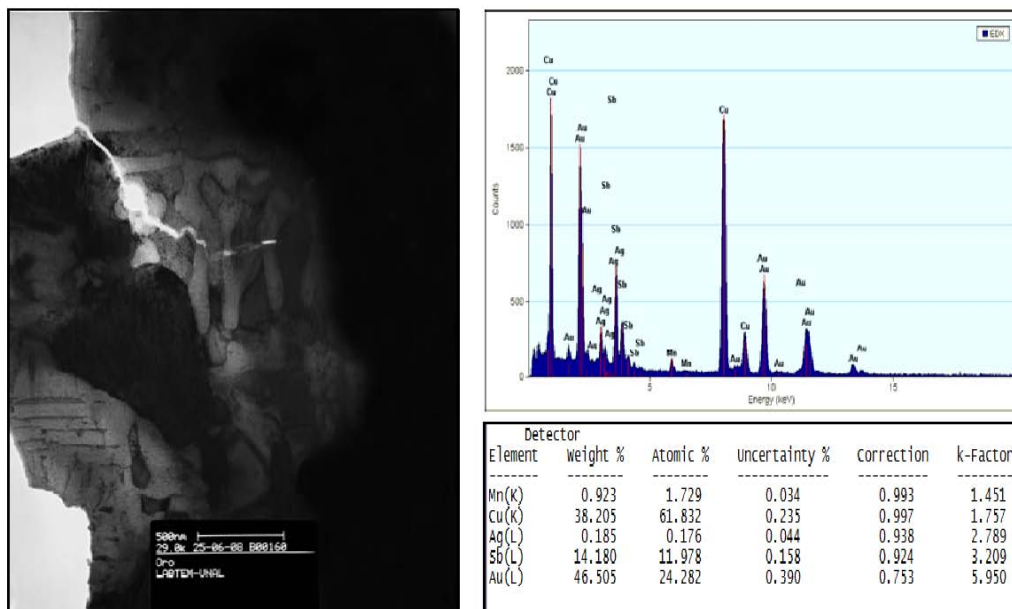
Se puede apreciar que el agua regia atacó el precipitado y lo sacó de los bordes de grano, debido a esto, se observan surcos de color negro. Esta aleación está compuesta por dos fases, la matriz que contiene en mayor proporción oro y cobre y en menor proporción manganeso, como se observa en la siguiente figura con su correspondiente espectro.

c. Detalle de la matriz de la aleación.



b- Microscopia Electrónica de Transmisión

Figura 52. Imágenes TEM tomadas a 29K con su respectivo EDS.

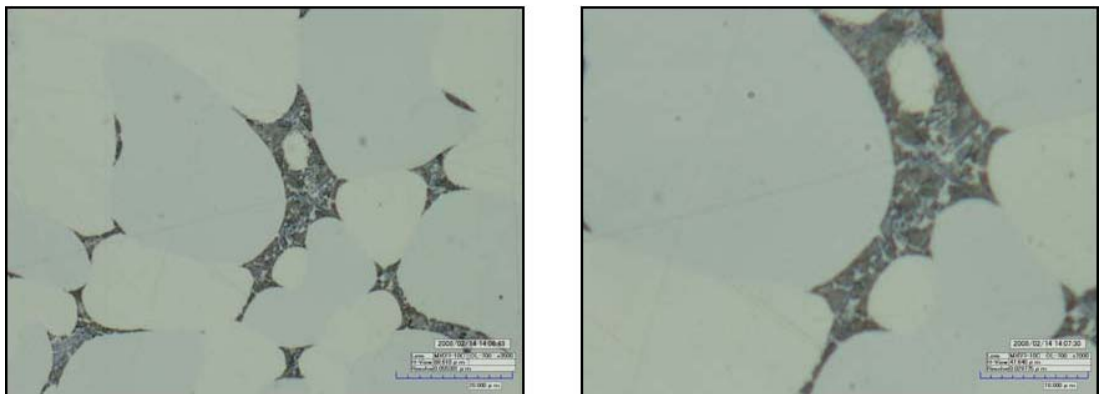


A En la imagen tomada a 29KX se puede observar la matriz y las intercaras entre la fase que está nucleando que son claramente distinguibles, con una morfología de bastoncillos alargados con un orden regular.

7.6.4 Microestructura de la aleación de oro blanco al Mn Oro 2 Tratada Térmicamente.

a- Microscopia Óptica

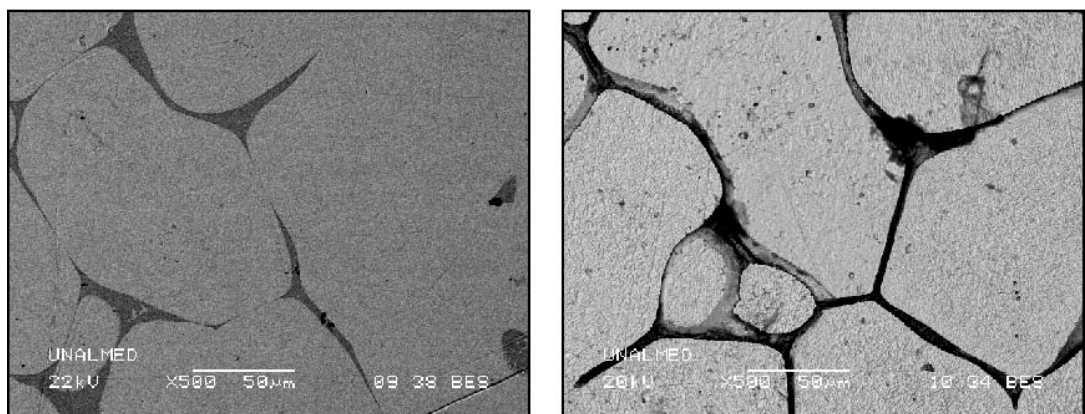
Figura 53. Microestructura de la aleación de Oro blanco al Mn – Oro 2 Tratada térmicamente



A- 3500x Ataque con nital al 4% B- 7000x Ataque con nital al 4%

b- Microscopia Electrónica de barrido

Figura 54. SEM Oro Blanco elaborado con la liga modificada

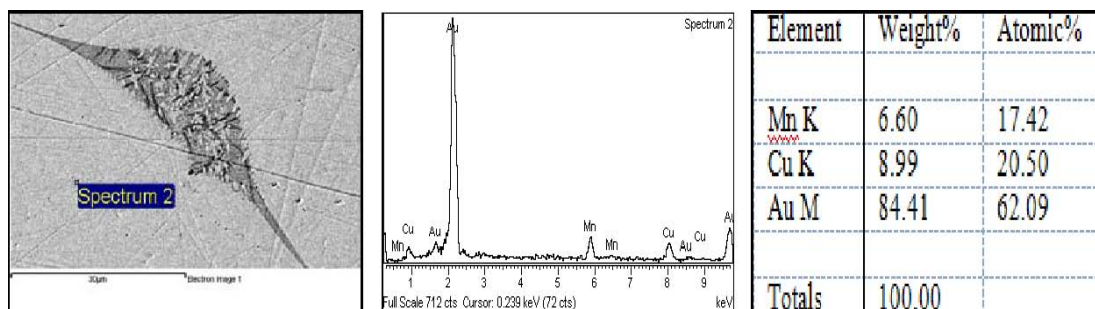


A - 500x Sin ataque B-500x Ataque con Agua regia diluida

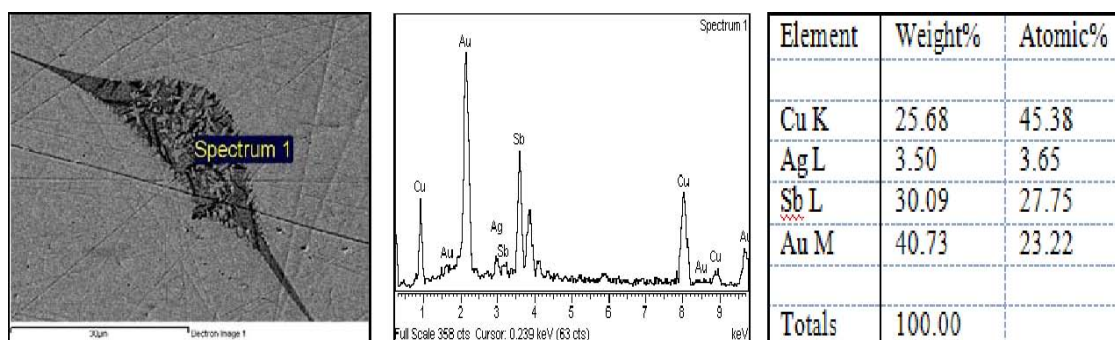
Se observa en la imagen a 54 a) a 500x atacada con agua regia que los precipitados ubicados en los límites de grano fueron totalmente removidos por acción del agente revelador. Así entonces se procedió a revelar los precipitados utilizando

un ataque de nital al 4% variando su tiempo de exposición.

a) Detalle de la composición de la matriz



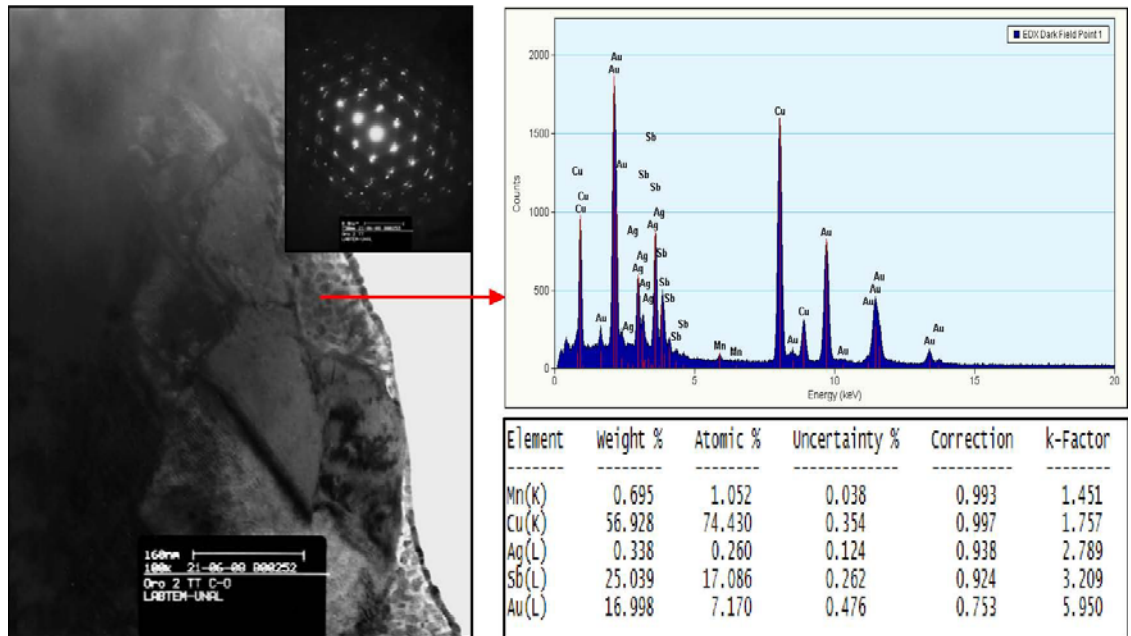
b) Detalle de los precipitados



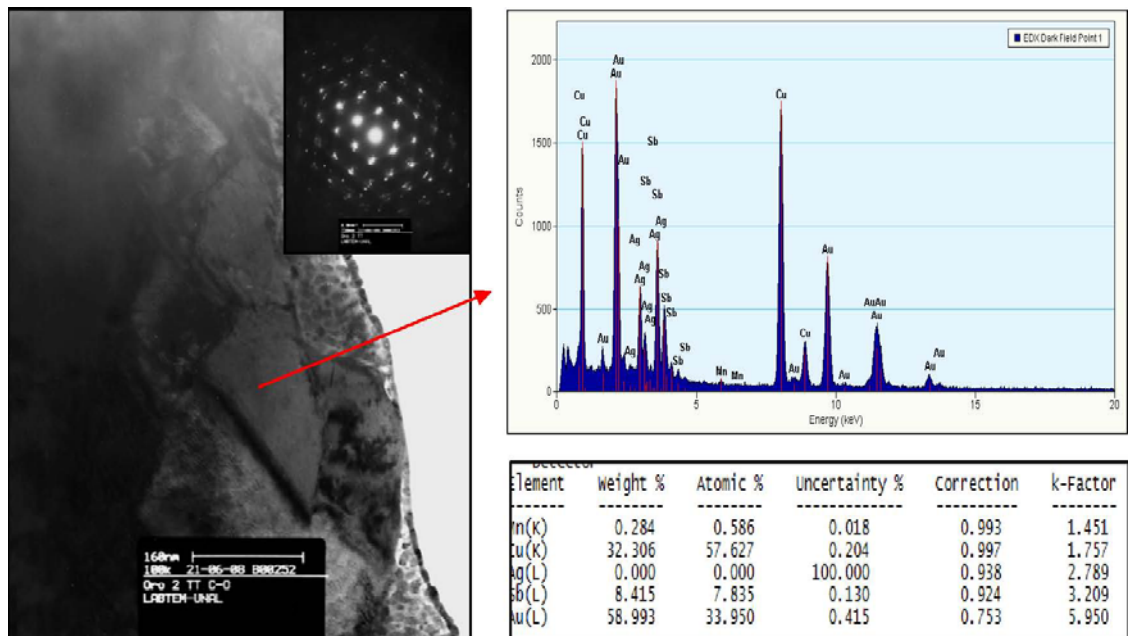
La matriz está compuesta por Cu-Mn y Au en grandes proporciones, mientras que los precipitados están compuestos por un eutéctico conformado por Au, Cu, Ag y antimonio.

c-Microscopia Electrónica de Transmisión

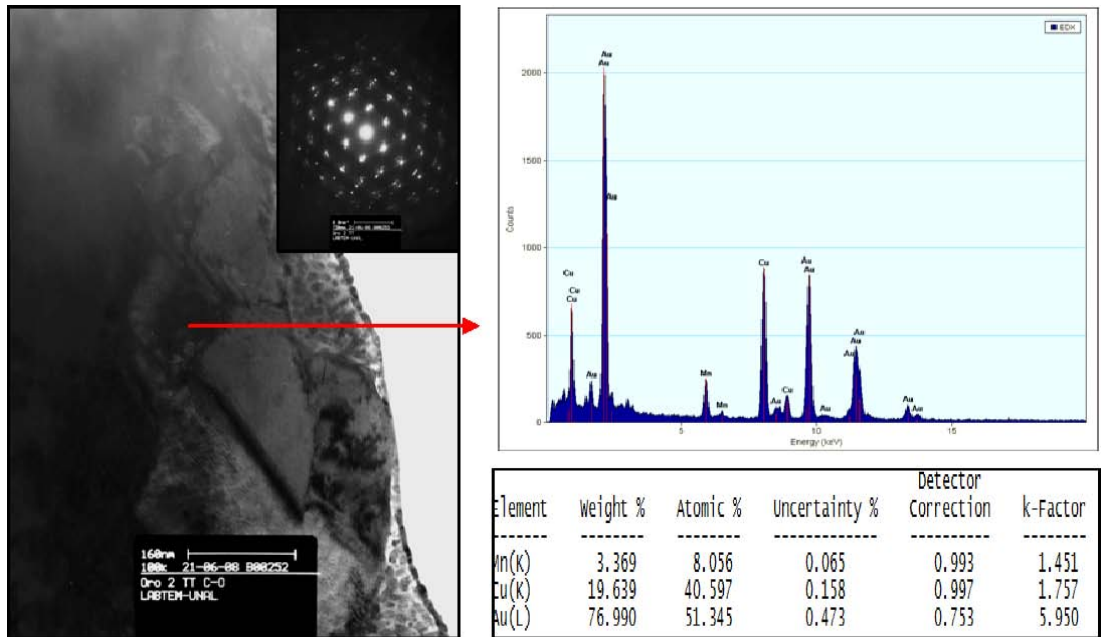
Figura 55. Imágenes de TEM con el EDS correspondiente.



A



B



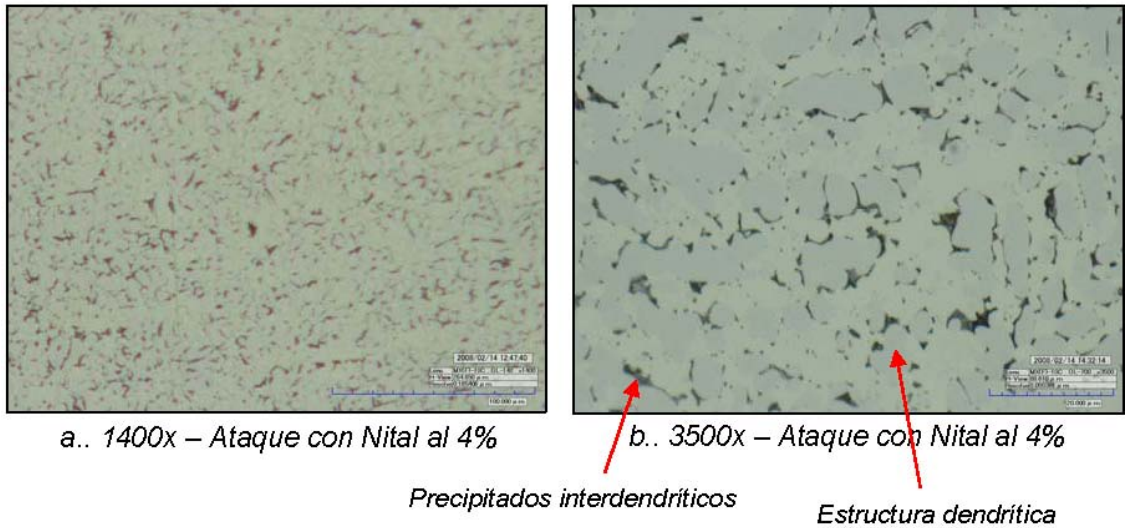
C

En la imagen tomada a 55 a) 100KX se puede observar un refinamiento del grano, la matriz y las intercaras entre la fase que está nucleando son claramente distinguibles, presentándose la aparición de agrupaciones de partículas que tienden a ser esféricas de color gris oscuro, con bajo grado de conectividad, este tipo de comportamiento se conoce como descomposición binodal propias del mecanismo nucleación-crecimiento, el cual se caracteriza por la formación de una fase dispersa en forma de nódulos. En el patrón de difracción adjunto puede confirmarse una estructura cristalina ordenada FCC correspondiente a la familia de planos [2 0 2].

7.6.5 Microestructura de la aleación de oro blanco Oro 3

a. Microscopía Óptica

Figura 56 a.b. Microestructura óptica de la aleación Acasor 1.



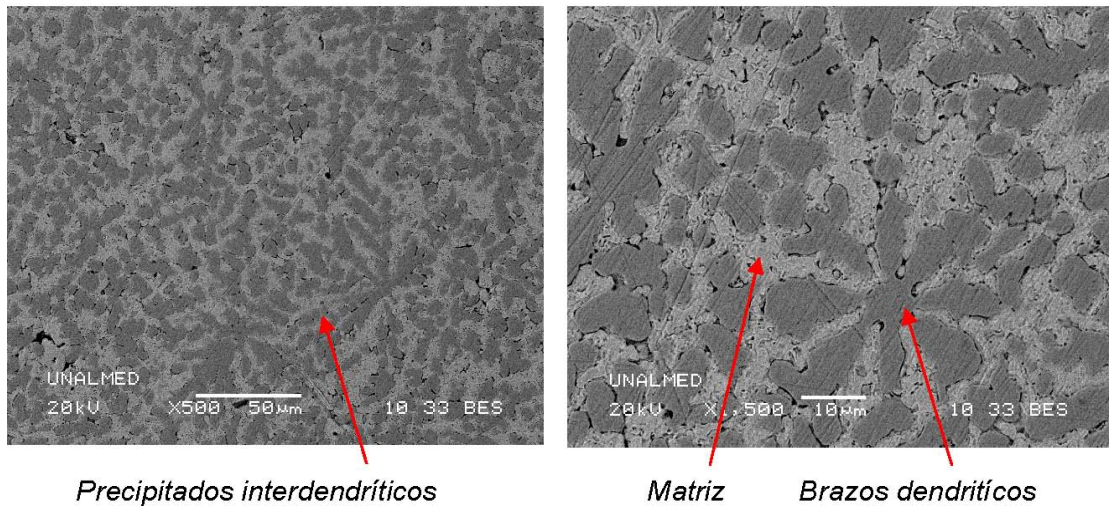
a.. 1400x – Ataque con Nital al 4%

Se atacó con nital al 4 % variando el tiempo de exposición desde 1 min hasta 3 min con el fin de revelar inicialmente los precipitados interdendríticos.

En la microestructura se observa un arreglo muy irregular de los granos, una estructura dendrítica aleatoria sin ningún ordenamiento específico y unos precipitados ubicados en los límites interdendríticos compuestos por un precipitado de apariencia eutéctica formado principalmente de antimonio.

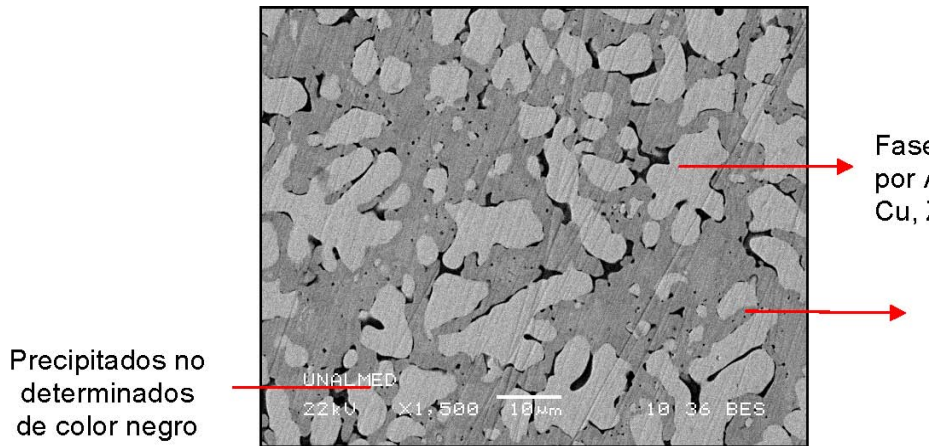
c-Microscopia Electrónica de barrido

Figura 57 a.b. Microestructura electrónica de la aleación Acasor 1.



En la imagen 57a) a 500x se observa más claramente el arreglo dendrítico irregular observado en la microscopía óptica. A 1500x se aprecian tres fases, la matriz de la aleación está compuesta principalmente por Au en gran proporción, mientras que las dendritas están compuestas por una fase de Au, Mn, Cu y en menor proporción Zn y Ag. No se puede determinar por esta técnica la composición de los precipitados debido al tamaño del haz. No se observa mayor diferencia en la misma muestra atacada con agua regia que se utilizó para revelar los granos de oro de manera más clara. Se observan las mismas tres fases, diferenciadas en tonalidades grises, ver figura 58. Figura 58. Acasor 1.

Fase compuesta por
Au (71%), Mn, Cu,
Zn y Ag.

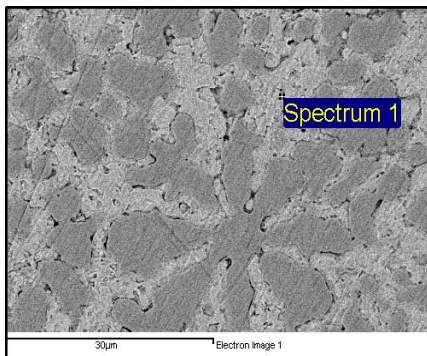


a.. 1500x – Ataque con Agua regia diluida
 Au (63%), Mn, Cu, Zn y Ag.

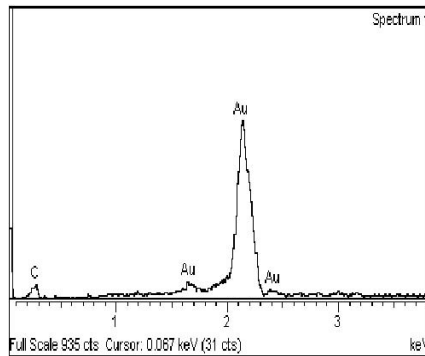
Fase compuesta por

Se observa una fase de color gris claro compuesta en su mayor proporción de oro, aproximadamente del 71% distribuida de manera uniforme, una fase de color gris oscuro que corresponde a una fase compuesta por un 63% de oro. Los precipitados no se pudieron determinar debido a sus dimensiones.

a) Matriz de la aleación



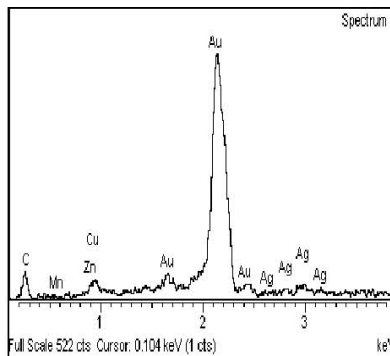
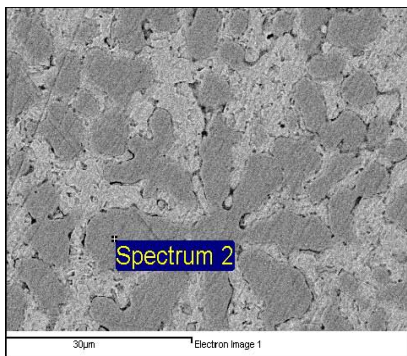
a) 100x Ataque con agua regia



Element	Weight%	Atomic%
CK	15.23	74.67
Au M	84.77	25.33
Totals	100.00	

La matriz está formada por Au en gran proporción (84,77%) más un (15,23%) de C.

b) Composición de las dendritas



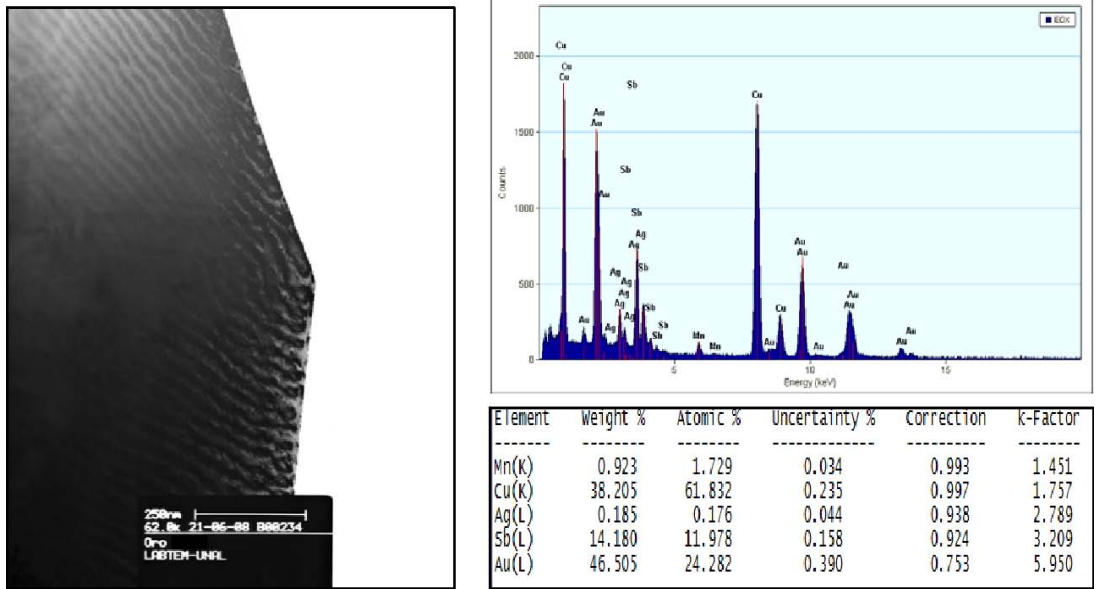
Element	Weight%	Atomic%
CK	15.25	65.55
Mn K	9.44	8.87
Cu K	5.56	4.52
Zn K	4.35	3.43
Ag L	2.25	1.08
Au M	63.14	16.55
Totals	100.00	

b) 100x Ataque con agua regia

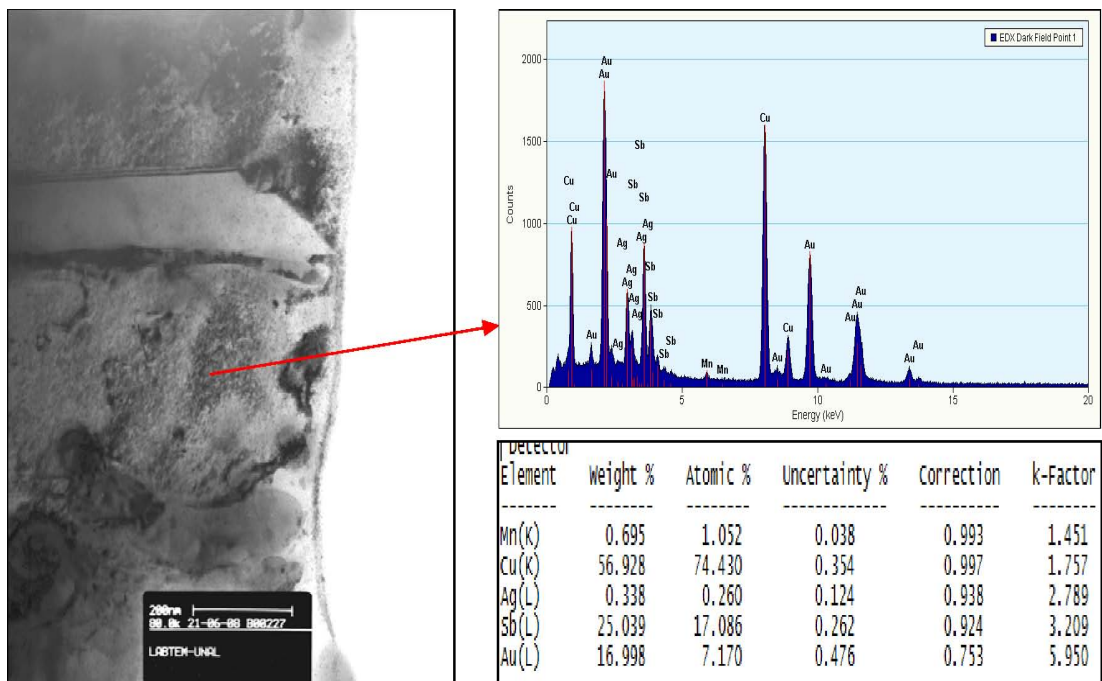
Los brazos de las dendritas están formados por Au en un 63,12%, más Mn, Cu, Zn y Ag.

d- Microscopia Electrónica de Transmisión

Figura 59. Imágenes tomadas en el TEM con su respectivo EDS



A



B

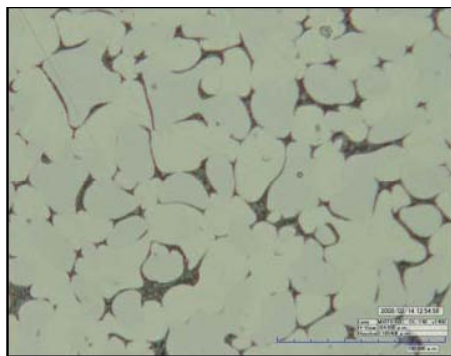
En la figura 59a) se observa un eutéctico, muy similar al eutéctico hallado en la aleación de Oro 1 y Oro 2. Este eutéctico de estructura laminar está compuesto por los siguientes elementos: Cu en un 56%, Au 15%, Sb en un 25%, y en menor proporción Ag y Mn. La

matriz está compuesta por el sistema base ternario Cu, Mn y Zn, como se puede comprobar en el análisis EDX. Este sistema es el sistema base de la liga y de la aleación de oro blanco al Mn.

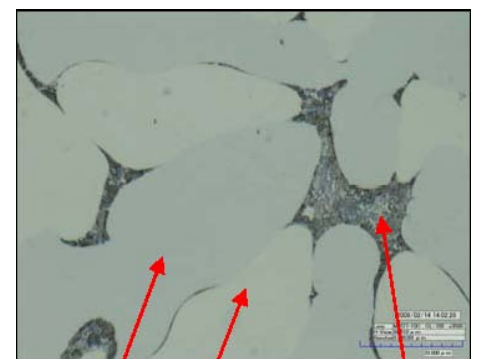
7.6.6 Microestructura de la aleación de oro blanco al Mn Oro 3 Tratada Térmicamente.

a- Microscopia Óptica

Figura 60. Microestructura de la aleación Oro 3 tratada térmicamente.



a. 1400x – Ataque con Agua regia *diluida*



b. 3500x – Ataque con nital al 4% Eutético

b. 3500x – Ataque con nital al 4% Eutético laminar

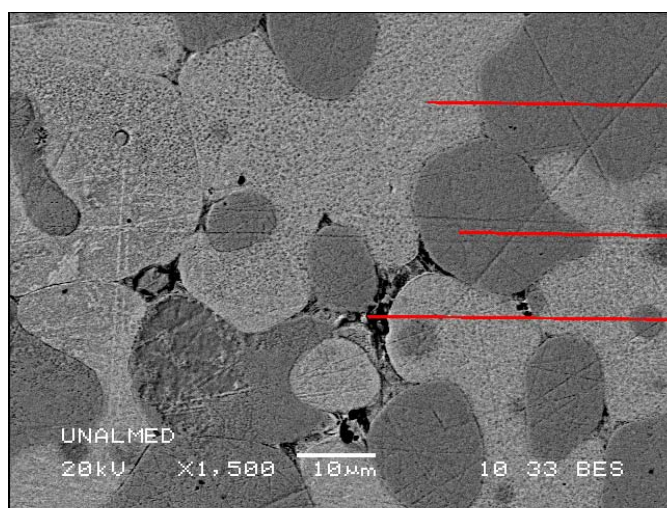
Fase gris Fase clara

En las figuras 60 a) y 60 b) se observa claramente la presencia de dos fases y un precipitado en los límites de grano que corresponde a un eutético de tipo laminar

compuesto principalmente por antimonio, además es importante resaltar que la aleación presenta un incremento del tamaño de grano y un reordenamiento parcial con respecto a la estructura de la aleación en estado fundido. La composición del eutéctico se determinó por análisis EDS.

b- Microscopia Electrónica de barrido

Figura 61. Imágenes Sem con su correspondiente EDS



1500x – Ataque con Agua regia diluida

Fase rica en Au

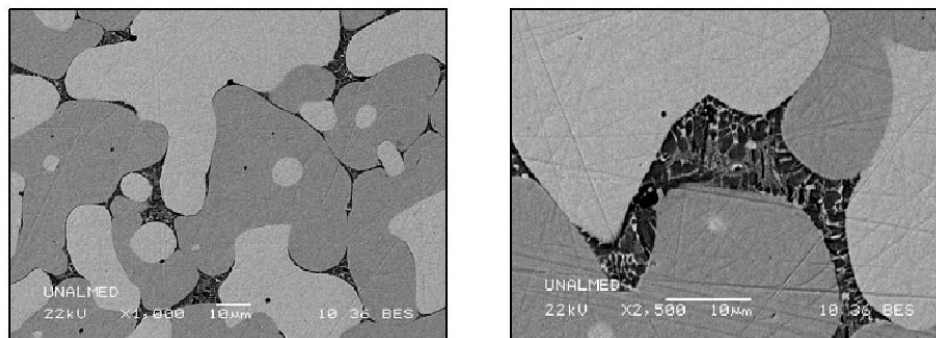
Fase Au-Cu-Mn

Precipitado laminar de Sb

En la imagen se observan tres fases, una fase clara rica en Oro, aproximadamente del 72%, otra fase de color gris, compuesta por una fase de Au, Cu y Mn, rodeada de un precipitado eutéctico de tipo laminar, AuSb_2 compuesto principalmente por Antimonio, tal como en el Oro 2 as cast y tratado térmicamente. La principal diferencia con respecto al

Oro 2 es la cantidad de Au. Esta estructura es más homogénea, con dendritas redondeadas y regulares.

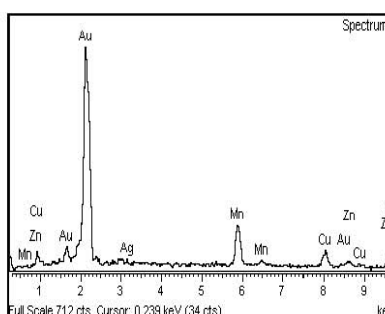
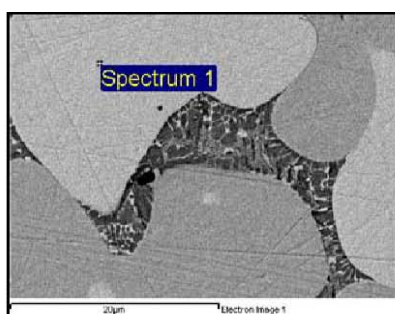
Figura 62. Detalle de las fases encontradas



a) 1000x – Ataque con Nital al 4% b) 2500x – Ataque con Nital al 4%

Se resalta la diferencia entre las fases presentes y un precipitado de tipo eutéctico que rodea los granos. Este precipitado está compuesto por una gran cantidad de antimonio que no fue posible determinar por esta técnica. Al igual que en la aleación de oro al Mn número dos, se aprecia que el antimonio precipita en los límites de grano de la aleación en forma de un eutéctico algunas veces laminar y otras globular, debido a la descomposición de tipo binodal.

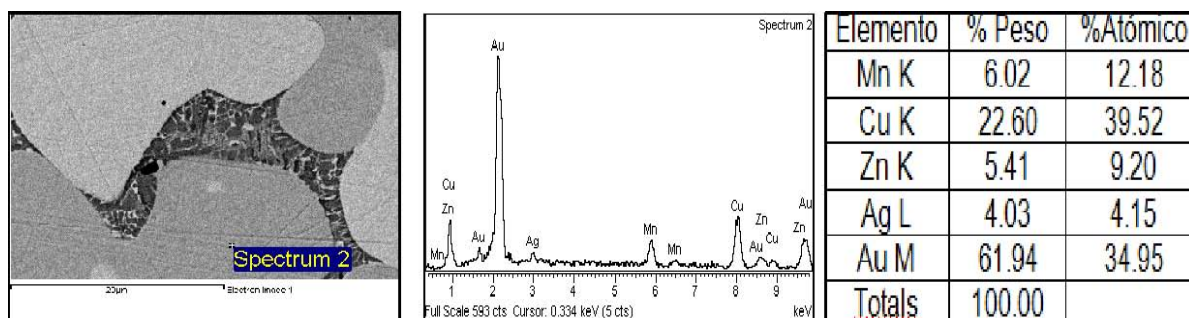
a) Fase clara (Rica en Au)



Element	Weight%	Atomic%
MnK	12.40	27.91
CuK	8.47	16.48
ZnK	3.39	6.40
AgL	3.21	3.68
AuM	72.53	45.53
Totals	100.00	

a. 2500x – Ataque con Nital al

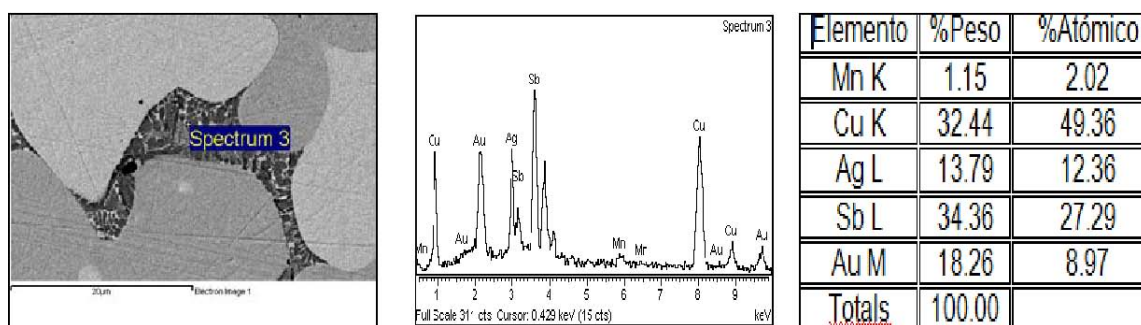
b) Fase oscura



b. 2500x – Ataque con Nital al 4%

Esta fase está compuesta principalmente por Au_3Cu y en menor proporción Mn, Zn y en menor cantidad Ag.

C) Precipitados interdendríticos



c. 2500x – Ataque con Nital al 4%

Los precipitados que rodean a las dendritas están formados principalmente por un compuesto de $CuSb$ y Au, en menor proporción Ag y Mn.

7.7 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Las mediciones de Difracción de Rayos X para la aleación se llevaron a cabo en ángulos de 2 Theta entre 2° y 70° . El patrón de picos obtenidos, comparado con los patrones de la base de datos del difractor, reveló la presencia de diferentes fases, las cuales se pueden observar en la tabla 24.

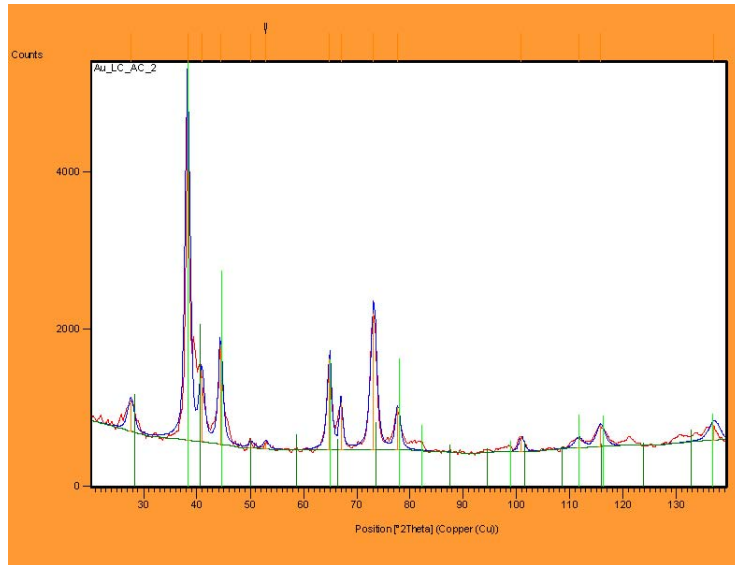
Tabla 26. Fases encontradas en las aleaciones de oro blanco al Mn.

ALEACIÓN DE ORO BLANCO AL Mn				
Oro 1 AC	Oro 1 TT	Oro 2 AC	Oro 2 TT	Oro 3 AC
Au ₃ Mn	AuCu	Au ₃ Cu	AuCu	AuCu
AuZn	AgAuZn ₂	Au ₃ Mn	Au ₃ Mn	Au ₃ Mn
-		-	-	AuSb ₂
-		-	-	Ag libre

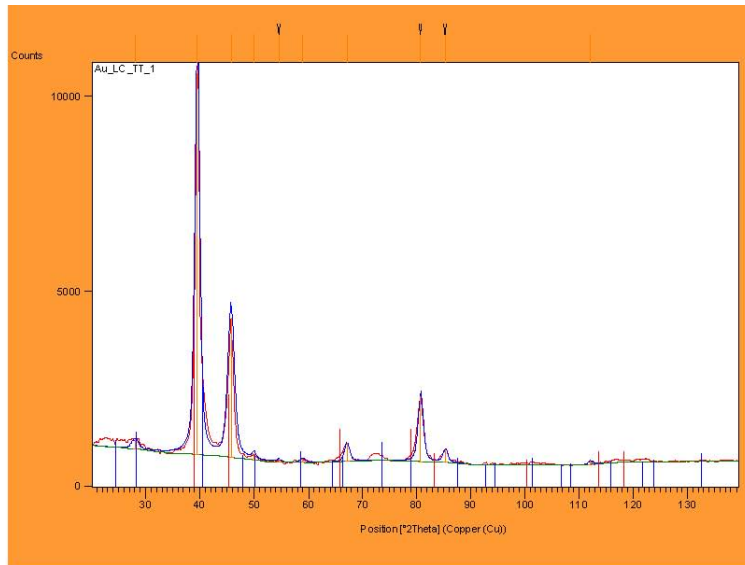
En la tabla 24 se observan las fases presentes en las aleaciones. La fase predominante en las tres aleaciones es la fase Au₃Mn y AuCu, tal como lo menciona en su estudio Battezzati (40). La fase desordenada Au₃Mn es la responsable del endurecimiento de la aleación, esta fase según la literatura sufre una transición orden desorden alrededor de los 250°C, tal como se puede apreciar en el análisis DSC. En la aleación de oro blanco al Mn Oro 1 AC se presenta la fase desordenada AgAuZn₂ es la responsable del endurecimiento de la aleación, esta fase según la literatura sufre una transición orden desorden alrededor de los 250°C, tal como se puede apreciar en el análisis DSC.

En la aleación oro 3 AC la fase AuSb₂ precipita con el mecanismo de descomposición binodal, y la presencia del Cu y del Mn influyen en el comportamiento microestructural de esta aleación. Según Battezzati (40), estos elementos son los responsables de las propiedades mecánicas, físicas y metalúrgicas de este tipo de aleación.

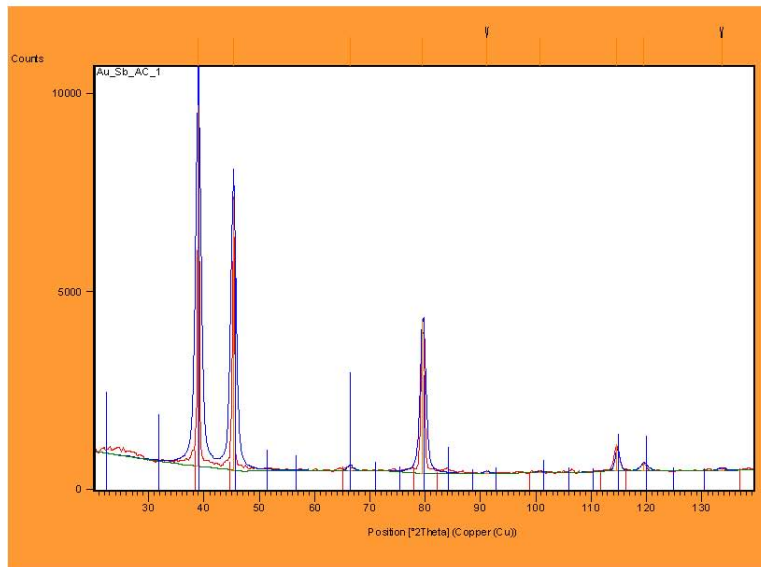
Figura 63. Difracción de Rayos X de las tres aleaciones de oro blanco al Mn elaboradas



a



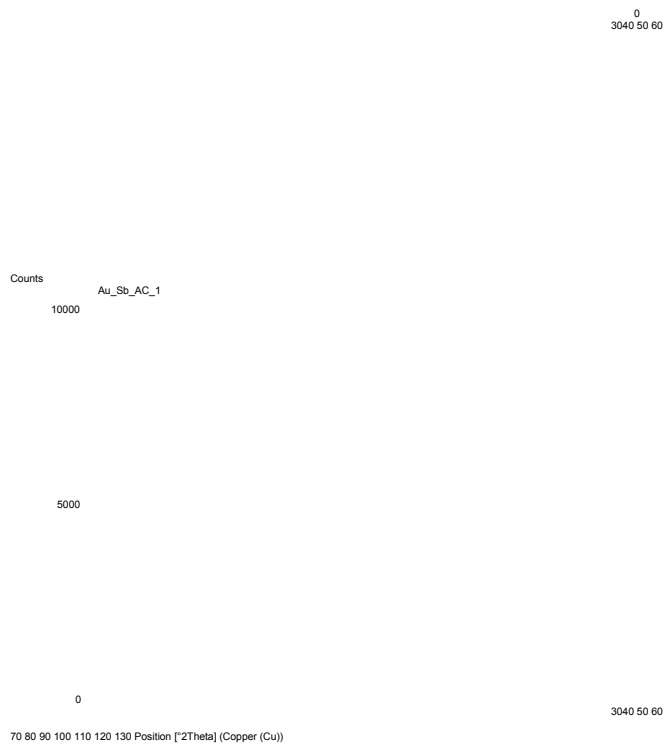
b



Counts Au_LC_TT_1

10000

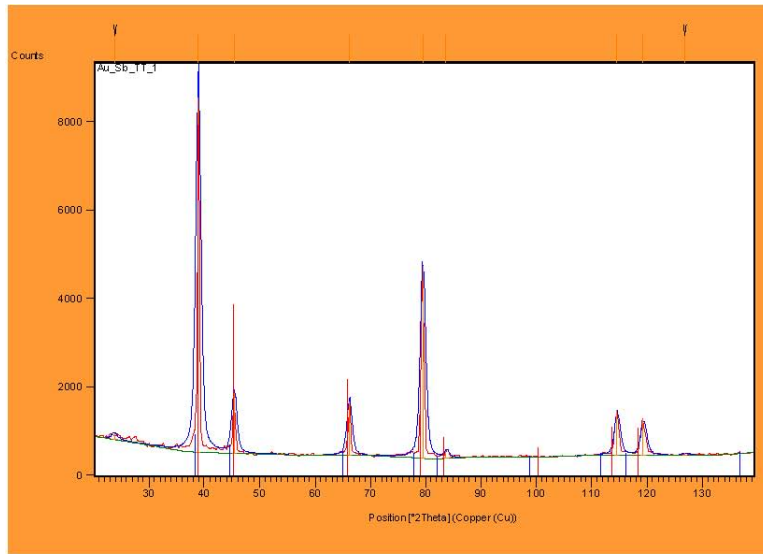
5000



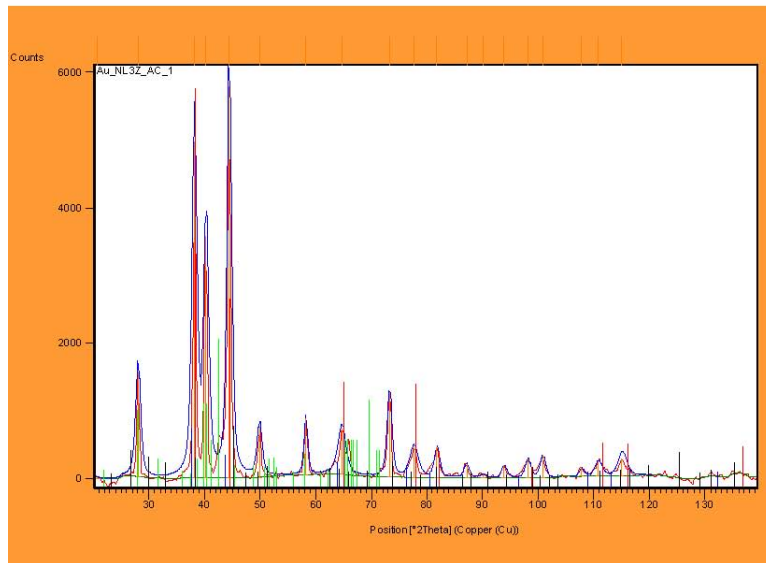
b



c



d



Counts

Au_Sb_TT_1

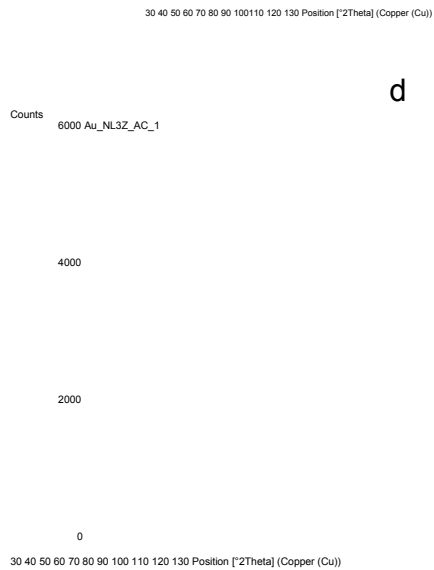
8000

6000

4000

2000

0

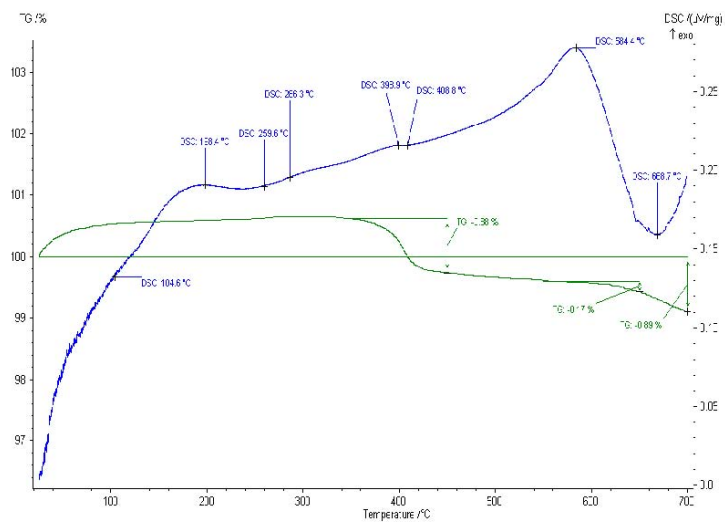


e

7.8. CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)

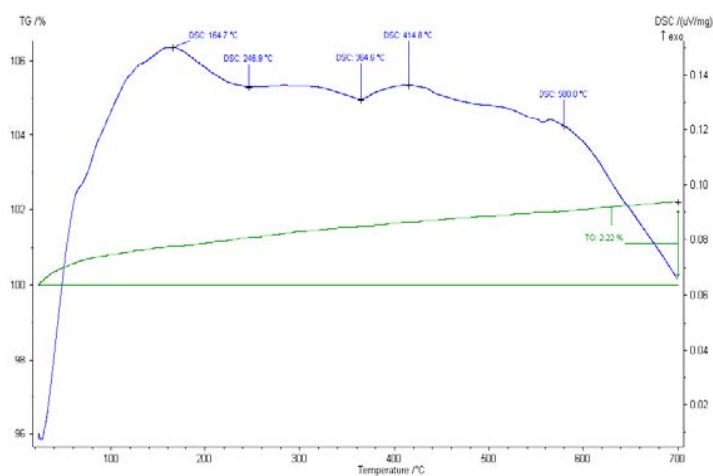
Los termogramas obtenidos mediante el ensayo DSC para las aleaciones de Oro blanco al Mn se puede observar en las figuras 64a, 64b, 64c, 64d, y 64e.

Figura 64a. Termograma obtenido por DSC Oro blanco al Mn Oro 1 AC



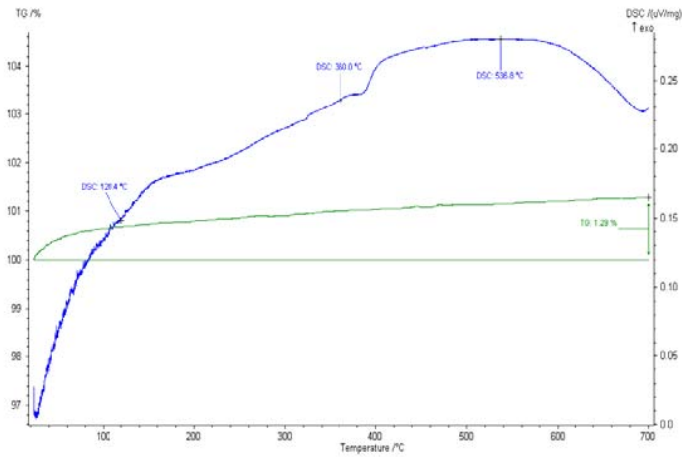
En la figura 64 a) se observa claramente una señal exotérmica por encima de los 408°C que alcanza su pico a los 584,4 °C y dos señales endotérmicas, la primera a partir de 230°C aproximadamente y la segunda a partir de los 668,7°C y según Battezzati (40) se atribuye posiblemente a la disolución de los precipitados interdendríticos de bajo punto de fusión.

Figura 64b. Termograma obtenido por DSC Oro blanco al Mn Oro 1 TT



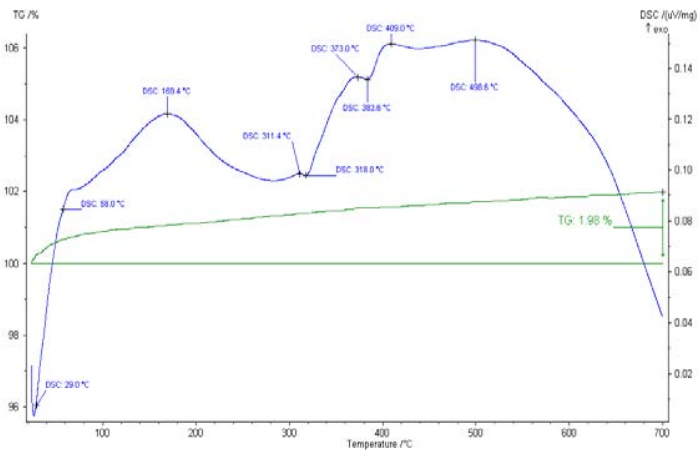
Se observa en la figura 64b) la notoria diferencia con respecto al termograma obtenido en la aleación en estado fundido, se puede comprobar el ordenamiento que sufren las fases debido al tratamiento de homogenización. Se resaltan dos señales endotérmicas, la primera a 164°C y la segunda a 580°C, correspondiente a la disolución de los precipitados, tal como lo menciona Battezzati en sus estudios.

Figura 64c. Termograma obtenido por DSC Oro blanco al Mn Oro 2 AC



Se resaltan una señal endotérmica, a 580°C aproximadamente, tal como sucede en el comportamiento de la aleación de Oro blanco al Mn elaborada con la liga C1, este pico endotérmico corresponde a la disolución de los precipitados, tal como lo menciona Battezzati..

Figura 64d. Termograma obtenido por DSC Oro blanco al Mn Oro 2 TT

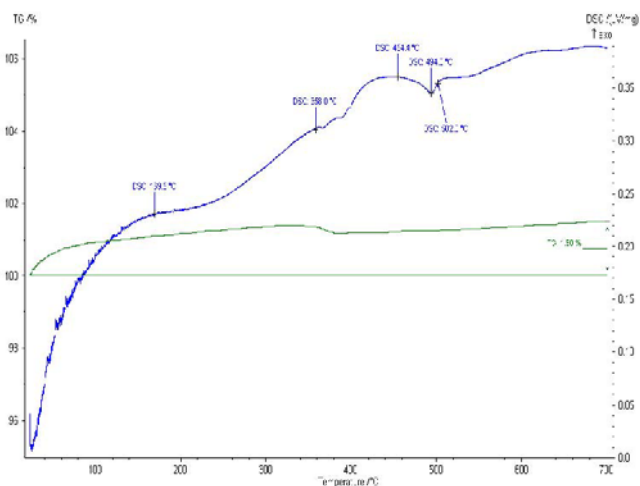


En la figura 64 d) se observan claramente dos picos endotérmicos, el primero inicia a 169°C y el segundo inicia a 489°C.

Estas señales se deben a las transformaciones de la fase AuCu que se dan a estas temperaturas para este tipo de aleación. Igualmente se aprecian 6 señales exotérmicas, a

58°C, 169,4°C, 373°C, 409°C y 489,6°C. La diferencia es evidente con respecto a la aleación anterior.

Figura 64e. Termograma obtenido por DSC Oro blanco al Mn Oro 2 TT



En la figura 64e se observan claramente tres picos exotérmicos, a 169°C, 358°C y 454°C. Se aprecia una señal endotérmica a 582°C.

CONCLUSIONES

- Las aleaciones de oro elaboradas por el método de microfusión a partir de la liga C₁ son aleaciones de oro blanco, de calidad Blanco Estándar, porque el valor del Índice de Amarillez YI D1925 tiene un valor comprendido entre 19.0 y 24.5 según el criterio establecido por el Consejo Mundial del Oro.

Según los autores *Bagnoud, P. Nicoud S. y Ramoni P* (14), la aleación de oro 3 o Acasor es una aleación de oro blanco de 700 milésimas calidad Premio porque el valor promedio de sus coordenadas cromáticas es: $L^*p > 80$, y $b^*p < 10$, cumpliendo así, el objetivo planteado de fabricar una aleación de oro blanco de alta calidad, es decir, grado premio, que cumpla además los requisitos establecidos de dureza, y temperatura de colada menor de 1050°C.

Las aleaciones de oro blanco al Mn obtenidas tienen una temperatura del líquido menor de 1000°C, la pérdida de fusión obtenida con las aleaciones de oro blanco al Mn elaboradas es aproximadamente del 3,0%, lo cual equivale al 12% de la liga cargada. Por lo tanto, todas las aleaciones de oro blanco elaboradas son adecuadas para fabricar artículos de joyería por el proceso de microfusión.

La aleación Acasor es una aleación de alto grado de calidad y es una aleación competitiva, debido a sus buenas características cromáticas, mecánicas, y por su costo,

ya que está constituida por elementos de bajo costo y de fácil acceso para los joyeros de la región.

- Las limitaciones presentadas por la liga C₁, en especial, su complejidad estructural, alta dureza, fragilidad y la imposibilidad, por el valor de YI, de obtener oro blanco de calidad premio de 750 milésimas llevó a considerar la fabricación de una nueva liga, llamada *Acasor*, con la cual se obtuvo resultados satisfactorios, obteniendo así un Oro blanco al Mn de calidad premio, debido al poder blanqueador del Mn en conjunto con el Sb, la adición de estos elementos, al igual que el Zn, promueven el endurecimiento por precipitación, ya que son propensos a precipitar en la matriz. Se puede afirmar además que estos sistemas de aleación que están conformados por más de cuatro elementos de aleación son muy complejos, así como el mecanismo de endurecimiento que los gobierna.

Se verificó el poder blanqueador del Mn en conjunto con el Sb, y su influencia en la calidad del oro blanco obtenido, debido a la presencia de la fase Au₃Mn y AuSb₂ responsables del endurecimiento de la aleación después del tratamiento de homogenización, según *Battezzati*, su formación se presenta alrededor de los 400°C. Así entonces también se comprueba tal como estaba establecido en la hipótesis, la relación directa entre el tratamiento de homogenización y la calidad final del oro blanco obtenido, ya que incide en las propiedades físicas, y mecánicas de la aleación final debido a la presencia de fases endurecedoras tales como la fase Au₃Mn, AuAgZn₂ y las fases ordenadas AuCu.

La rugosidad obtenida en las aleaciones de oro blanco al Mn está directamente relacionada con el crecimiento dendrítico observado, ya que el mecanismo de solidificación progresiva va acompañado de un proceso de transformaciones de fase. Según Ott son varios los factores que influyen en la rugosidad final de una aleación de oro, entre ellos: el grado de penetración del molde, la presión, y la tensión superficial entre el metal líquido y el revestimiento. La aleación Oro 3 presentan las mejores características superficiales y por lo tanto cromáticas, esto se debe a la cantidad de Zn adicionada.

Los poros encontrados en las tres aleaciones se deben a varios factores entre ellos: a la turbulencia generada en el momento de la colada del molde, reacción del Mn con el grafito del crisol, reacción entre el revestimiento y el metal líquido. Según Zitto este tipo de defectos son muy frecuentes en las aleaciones de oro, específicamente en las aleaciones de oro blanco. Aunque la aleación Oro 3 presenta algunos poros (en menor proporción que la aleación Oro 1 y Oro 2), estos no afectan las características superficiales de la muestra y no interfieren en la lectura del color. Ott también afirma que la presencia de poros aumenta con el espesor de las piezas fundidas, tal como sucedió con las probetas de tracción.

Se comprobó que las aleaciones que contienen Zn son susceptibles al endurecimiento por tratamiento térmico, independientemente de su contenido de Cu, tal como se observó en los datos de dureza obtenidos en las tres aleaciones de oro blanco.

RECOMENDACIONES

Estudiar el comportamiento del Al como elemento de aleación, tanto en la liga como

en las aleaciones de oro, y la influencia del Sb en las características mecánicas y físicas de la aleación y su incidencia en la salud humana.

Reconsiderar el empleo del Sn como elemento integrante de la composición de la aleación de oro blanco para contenidos superiores a los indicados en la literatura.

Se recomienda el uso de refinadores de grano, los cuales pueden mejorar notoriamente las propiedades mecánicas de la aleación de oro blanco, así mismo reducirían la frecuencia de los defectos encontrados por la estructura propia de la solidificación, y por ende las características cromáticas. Se recomienda el uso del Iridio o el Germanio.

BIBLIOGRAFÍA

- 1 PIERCE, P. E., and MARCUS, R. T. Color and appearance 2^a ed. Federation of societies for coatings technology. Blue Bell. PA. USA., 2003, p.21
 - 2 Federation of Society for Casting Technology. Fundamental of Color and Appearance. Blue Villa. PA. USA. 2003, p.22
 - 3 COLLAZO, J. Diccionario Enciclopédico de Términos Técnicos. Vol.2. Editorial Impreandes Presencia. Colombia 1997, p. 1158
 - 4 www.photorevolt.com
-
- 1 CORTI, Ch. What is a white Gold? Progress an the issues. The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology, may, 2005, p. 114-117
 - 2 HENDERSON, S. and MANCHANDA, D. White gold alloys: Colour measurement and grading. Gold Bulletin, vol. 38, No. 2, jun 2005, p.
 - 3 NORMANDEAU, G. and ROETERINK. White Golds: A question of compromises. Conventional material propertiers compared alternative formulations gold. Bulletin 27 (3), 1994, p. 76-78
 - 4 FACCENDA, V. and ORIANI, P. ON nickel white gold alloys: problems and Possibilities. The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology, may, 2000, p. 74, 78, 81
 - 5 CRETU, C. and DER LINGEN, E. Coloured Gold. Alloys. Gold Technology, nov. 20, 2000, p. 31-32, 34-35, 37
 - 6 McCORMACK. B and BOWERS. 5 ed. New white gold Alloys. Gold Bulletin
 - 7 1981. p. 19-24
-
- 1 BAGNOUD, P. NICOUD, S. and RAMONI, P. Nickel Allergy; The European Directive and its Consequences on Gold. Coatings and White Gold Alloys Gold Technology, No. 8. 1996, p. 16
 - 2 GRIMWADE, M. A Plain Man's Guide to Alloy Phase Diagrams: Their Use in Jewellery Manufacture. Part. 2. Gold Technology, No. 29, 2000.
 - 3 PRINCE, A. REYNOR, G. and EVANS, D. S. Phase Diagrams of Ternary Gold Alloys. The Institute of Metals. London, 1990, p. 312, 313
 - 4 NORMANDEAU, G. Cadmium free Gold Brazing Alloys. The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology. 1989, p. 181

- 5 POLIERO, M. White Gold Alloys for Investment Casting Gold Technology. Nov. 31. 2001, p. 11-16
- 6 ROTHERAM, P. White Golds. Meeting the Demands of International Legislation. Gold Technology. No.17. 1999, p. 38
- 7 ASM International. Phase Diagrams of Binary Alloy system, 1996
- 8 BASSO, A. PERTILE, M. and POLIERO, M. Jewelry and Health: Perspective for improvement the Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology. May, 2004, p. 2
- 9 FISCHER BUHNER, J. Development of New Nickel-free Chromium-Based White Gold. Alloy The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology. 2001, p. 131, 134-138, 140-141
- 10 DABALÀ, M. et al. Production and Characterization of 18 carat white gold alloys conforming to European. Directive 94/27 CE. Gold Technology. No. 25, 1999, p. 29-31
- 11 FERRO, R. et al. A Survey of Gold Intermetallie Chemistry Gold Bulletin, 36/2, 2003, p. 38-43, 46-49
- 12 AVNER, S. Introducción a la metalurgia Física. 2ª ed. México: Editorial McGraw Hill, 1981, p. 159, 177-178, 213-216, 460
- 13 GUILLET, L. Diagrammes de phases en Metallurgia. París: Editorial Masson et Cie. 1964, p. 62, 73, 82-84, 92
- 14 HANSEN, M. Constitution of binary alloys. New York Editorial McGraw Hill Book. p. 49, 214, 230, 231, 624, 625, 951, 957
- 15 GULIAËV, A. P. Metalografía. Tomo 1. Moscu: Editorial Mir, 1978. p. 110
- 16 CHALMERS, B. Metalurgia Física. Madrid: Editorial Selecciones gráficas. 1968, p. 24, 46-49
- 17 ASKELAND, D. Ciencia e Ingeniería de los materiales. 3ª ed. México. Internacional Thomson Editores. 1998. p. 22, 60, 255
- 18 MACKEN, P. and SMITH, A. The aluminium bronzes. 2ª Ed. C.D.A. Publication Londres. No. 31. 1966, p. 32-35, 204
- 19 DIETERT, O. Optimising gold alloys for the manufacturing process Gold Technology 34. Spring, 2002, p. 39
- 20 DIETERT, O. and RAUB, C. Casting surface properties. Gold Technology. No. 7, Jul, 1992. p. 28-31
- 21 ASM International Handbook of Ternary Alloys. Phase Diagrams. 1995
- 22 RAYKHTSAUM, G. and AGARWAL, D. Surface finish effects on color measurements. The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology. 1990. p. 147-154, 162, 163
- 23 American Foundrymen's Society (AFS). Copper Base, Alloys Foundry. Practice 3ª ed. USA: Editorial AFS. Des plaines, 1965. p. 83-94
- 24 Centre Technique des Industries de la Fonderie (CTIF). Methodes d'elaboration des Allieages de Cuivre. CTIF. 1989, p. 3-12
- 25 C.T.I.F Alliage de Cuivre etw de Nickel. CTIF, 1992
- 26 ALONSO, A. Optimización del llenado en microfusión para piezas en joyería utilizando el programa de simulación. AFS Solid. 2000. COLCIENCIAS-UISCDP. Bucaramanga. May, 2004
- 27 ZITO, D. Coloured Carat Goles for Investment Casting Gold Technology. Nov. 31, 2001. p. 36

- 28 RICHARD, M. Laitons à bas point de fusion au Mn. Editions Techniques des Industries de la Fonderie. 1996, p. 4
- 29 McCLOSKEY, J. et al. Silicion microsegretion in 14 K Yellow Gold Jewelry Alloys Gold Bulletin. 34 (1), 2001, p. 9-11
- 30 KINNEBERG, D. et al. Origin and effect of impurities in high purity gold. The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology, 1997, p. 22-27
- 31 FLINN, R. TROJAN, P. Materiales de ingeniería y sus aplicaciones. Bogotá: Editorial McGraw Hill Latinoamericana. 1979, p. 43
- 32 HULTGREN R. et al, Selected Values of the thermodynamic properties of Binary Alloys. American Society for Metals. 1973. p. 314-316
- 33 DE WOLFF. F. Antimony and Health. BMI. 1995. p. 1216-1217

ANEXOS

ANEXO A. PROCESO DE MOLDEO A CERA PÉRDIDA

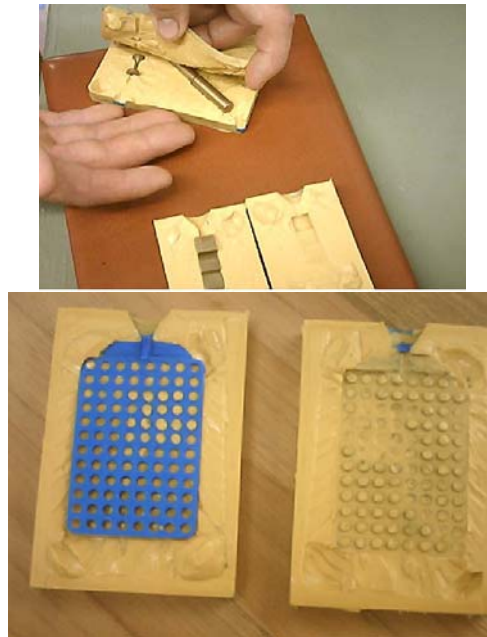
La técnica de fundición del metal más extendida en joyería es la de "cera perdida" o microfusión.

PROCESO DE CERA PERDIDA

El concepto de cera perdida debe su origen a que este proceso de moldeo se realiza con la ayuda de un modelo de cera, que se recubre con un material refractario, normalmente en yeso, con el que se forma el molde. Posteriormente el molde se calienta hasta que se funde la cera, la cual se recupera, para ser reutilizada. Como el modelo desaparece sin ser desmoldado, se dice que el modelo en cera se perdió. De ahí su nombre. Para llevar a cabo este proceso se dan los siguientes pasos

- 1 **MOLDE EN CAUCHO:** La elaboración del molde en caucho se obtiene de un patrón en Cobre, Plata o de cualquier material que resista temperaturas igual o superior a 220°C. La fabricación del molde en caucho es fácil de hacer y con él se pueden elaborar miles de modelos de cera.
- 2 **ELABORACIÓN DE LOS MODELOS EN CERA:** Una vez elaborado el molde en caucho se procede a inyectar la cera para obtener el duplicado de la pieza que se quiere obtener.

Figura 1. Molde en Caucho y modelo metálico Figura 2. Pieza en cera



3. MONTAJE DE LA CERA: El montaje en árbol, es un paso que se caracteriza por la fijación de muchos modelos de cera alrededor de un grueso bebedero central hecho en cera, colocado verticalmente y sujeto en el centro por una base de goma, con una elevación cónica en el centro figura 3. A medida que se van fijando los modelos de cera, el conjunto va adquiriendo la forma de un árbol.

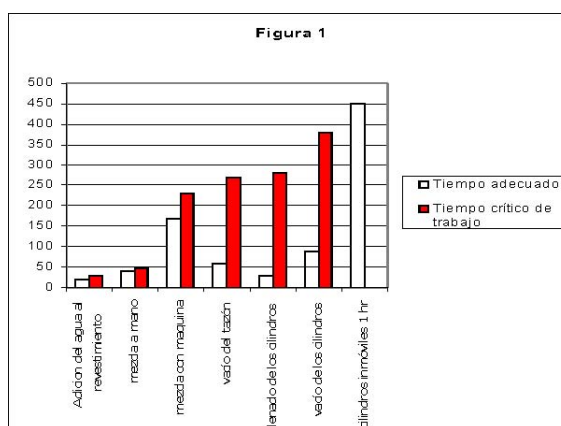
Figura 3. Montaje de las piezas.



4. PREPARACIÓN DE LA MEZCLA DE REVESTIMIENTO Y FRAGUADO DEL YESO

La preparación del revestimiento requiere de un procedimiento en el cual el tiempo que se ajusta es de 8 a 10 minutos y necesita de un control muy cuidadoso, figura 4.

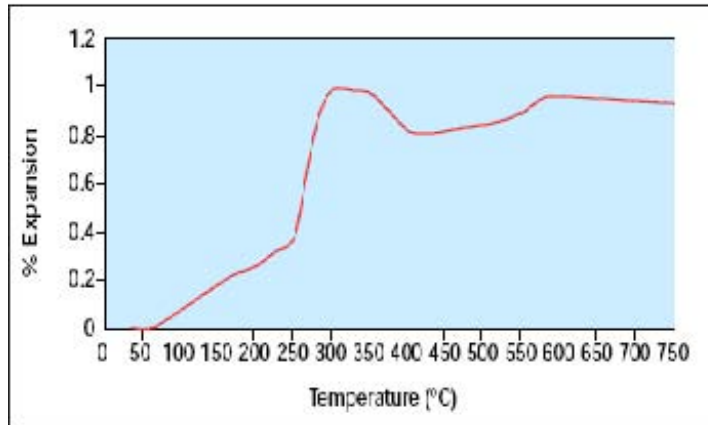
Figura 4. Preparación del revestimiento



Fuente: *Ott D investment Casting of Gold Jewellery: Gas pressures In moulds during casting: Their measurement and their effects*

5. CICLO TÉRMICO: El tratamiento térmico que se hace al molde en yeso es una etapa crítica en el proceso de moldeo a la cera perdida. Una vez fraguado el yeso, se procede a realizarle un calentamiento y tiene dos funciones importantes. La primera función consiste en eliminar la cera y la humedad del molde sin dañar el revestimiento. La segunda función es adecuar el revestimiento de modo que pueda soportar el choque térmico del metal fundido.

Figura 5. Expansión Vs. Temperatura

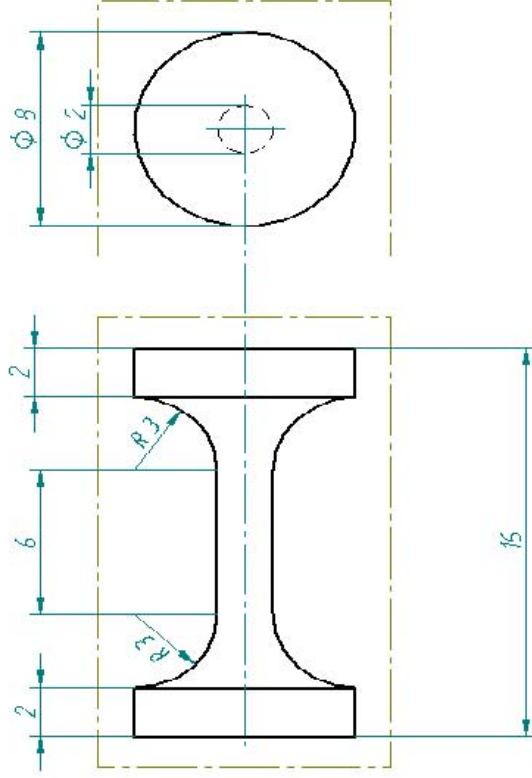



Fuente: *Ott D investment Casting of Gold Jewellery: Gas pressures In moulds during casting: Their measurement and their effects*

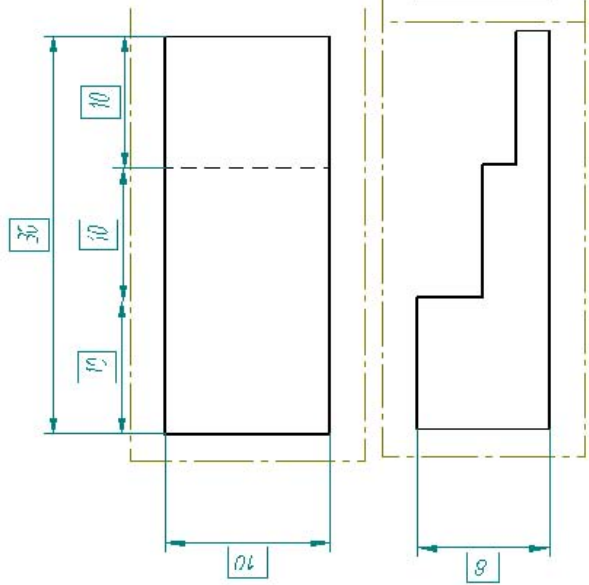
Resumiendo lo que sucede con el proceso de tratamiento térmico, que se hace hasta una temperatura no superior a 700°C ocurren muchos procesos químicos y físicos. Primero hay una evaporación del agua adsorbida y agua del mineral de yeso ($\text{CaSO}_4 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$) en el rango de temperatura de 100 a 120°C.


Otro proceso de transformación relevante es la transformación de la cristobalita que ocurre cerca de los 250°C. Con un incremento considerable del volumen y seguido de una pequeña contracción debido a la transformación causada por el mineral de yeso contenido en el revestimiento que ocurre cerca de los 300 a 370°C.

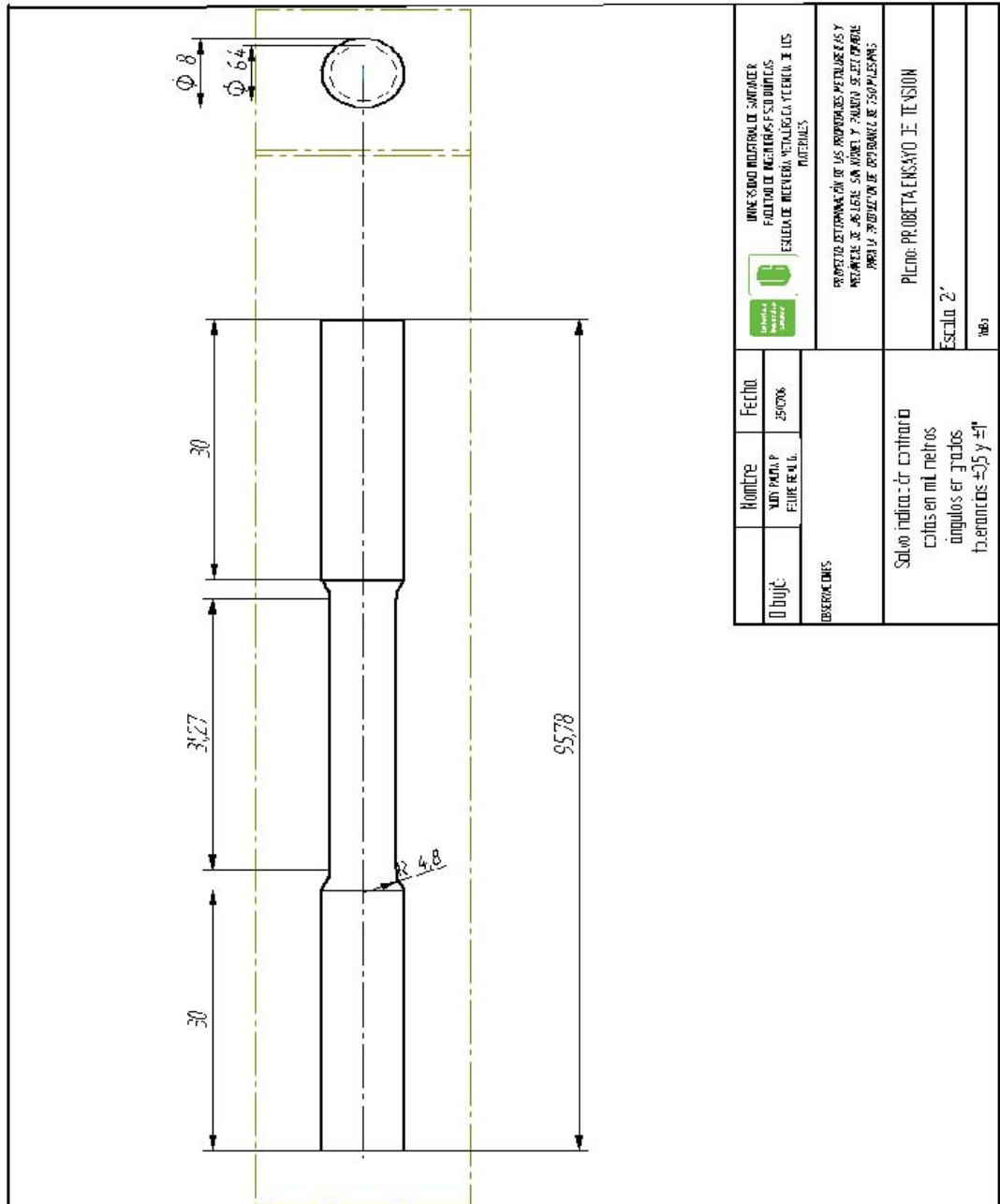
ANEXO B. PLANOS DE LAS PROBETAS Plano probeta Colabilidad.



Nombre	Freddo
Dibujo	YURY PARRA FELIPE RUIZ
DESCRIPCIONES	Se va indicar, cantidad, crítica en números, ángulos en grados, tolerancias ±0,1 y ±0,1
 UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER FACULTAD DE INGENIERIAS FÍSICO MATEMÁTICAS ESCUELA DE INGENIERIA METALURGICA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES	
TÍTULO: Determinación de las propiedades mecánicas y medidas de las ligas en el que y su posible selección para la producción de una Manca de 40 milímetros	
Plano: PROYECTO BRETA EN CALIENTE	
Escala: 5:1	
Hoja	



Código:	Nombre	Fecha	 INSTITUCIÓN EDUCATIVA "SANTO DOMINGO"
	NOMBRE COMPLETO FECHA REALIZADO	7/10/06	
DESCRIPCIÓN:	DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y TOLERANCIAS DE LAS LIGAS EN UNIÓN Y EN PUNTO DE SECCIÓN PARA LA PRODUCCIÓN DE DOBLAJE DE 750 MENSUAL		
Sitio de realización: comunidad fecha de realización: dibujado en: Gra. Jc tel. Llamadas: 045 7 411		PLANO: PROYECTO DE METALGRAFIA	
		ESCALA: 3:1	
		ACBO	



ANEXO C. ENSAYOS PARA CARACTERIZACIÓN DE LAS ALEACIONES DE ORO BLANCO OBTENIDAS

CARACTERIZACIÓN DE COMPOSICIÓN QUÍMICA

Una vez obtenidas las aleaciones se determinó la composición química real con el espectrómetro de Fluorescencia de rayos X SHIMADZU EDX-800 que se encuentra en el Centro de Desarrollo Productivo de Joyería CDP. Ver Fotografía 1.

Fotografía 1. Espectrómetro Fluorescencia de Rayos X



Desmontadas las piezas del árbol, se realizó el procedimiento de pulido a las escalerillas diseñadas para la metalografía que se observan en la fotografía 2.

Fotografía 2. Probeta diseñada para análisis óptico



Fuente: Ott D investment Casting of Gold Jewellery: Gas pressures In moulds during casting: Their measurement and their effects

PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS PARA MICROSCOPIA ÓPTICA, ELECTRÓNICA DE BARRIDO Y EVALUACIÓN DEL COLOR

El procedimiento de desbaste y pulido fue realizado con un Desbastador Manual marca Buehler Ltda.; lijas comerciales 120, 240, 320, 400, 600 grit.; un Pulidor rotatorio. Se usó pasta de diamante de 6 micras, 3 micras y 1 micra marca Buehler Ltda como abrasivo, los paños correspondientes, aceite como distribuidor del abrasivo, y solución coloidal de

sílica, todos marca Buehler. Ver Tabla 1 y Tabla 2. Para la preparación de las muestras se tuvo en cuenta la norma ASTM E-301 “Standar Guide for Preparation of Metallographic Specimens”.

Tabla 1. Procedimiento de Desbaste utilizado

Método	Medio	Grado	Lubricante
DESBASTE	Papel abrasivo de SiC	240	Agua
	Papel abrasivo de SiC	320	Agua
	Papel abrasivo de SiC	400	Agua
	Papel abrasivo de SiC	600	Agua

Tabla 2. Procedimiento de Pulido utilizado

Método	Paño	Abrasivo	Lubricante	Tiempo
PULIDO	Ultra-Pol Cloth	Pasta de diamante 6um	Aceite	3 min.
	Trident Polishing Cloth	Pasta de diamante 3um	Aceite	3 min.
	Micro Cloth	Pasta de diamante 1um	Aceite	1 min.
	Micro Cloth	Silica Coloidal		1 min.

DETERMINACIÓN DEL COLOR DE LAS ALEACIONES

Para la medición del color de la aleación de oro blanco al Mn preparada superficialmente, se usó un espectrofotómetro de reflectancia de geometría esférica Marca GretagMacbeth, modelo Color Eye – XTH (Fotografía 3), presenta un margen de error de 00,5% en sus mediciones, las cuales se realizaron bajo las condiciones de un observador estándar de 2 grados e iluminante D65 equivalente al iluminante C.

Fotografía 3. Espectrofotómetro CE-XTH



EVALUACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA, TAMAÑO DE GRANO Y PERFILOMETRÍA

Una vez evaluado el color de las respectivas probetas, se observaron en el Microscopio óptico marca Hirox /KH- 7700° que se aprecia en la Fotografía 4. El objetivo de este ensayo es realizar una inspección visual, determinación de tamaño de grano y perfilometría, con el fin de realizar una caracterización superficial de la muestra realizando un análisis 2D y 3D y analizar su influencia en la toma del color de las muestras obtenidas de cada aleación.

- Ubicado en el centro de Biomateriales; Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, Universidad Industrial de Santander
Fotografía 4. Microscópio óptico marca Hirox /KH- 7700.



Los datos de rugosidad se tomaron con un rugosímetro marca Mitutoyo propiedad de Indumil-Fasab. Se tomaron datos de Ra y Rz. Fotografía 5.

Fotografía 5. Rugosímetro marca Mitutoyo



CARACTERIZACIÓN DE LAS FASES PRESENTES

Después de la captura de imágenes, las probetas diseñadas fueron llevadas a el equipo DRX Marca Rigaku / D/MAX IIIB[®] con el propósito de determinar las fases presentes. Ver Fotografía 6. A continuación se describen los pasos:

















 Fotografía 6.

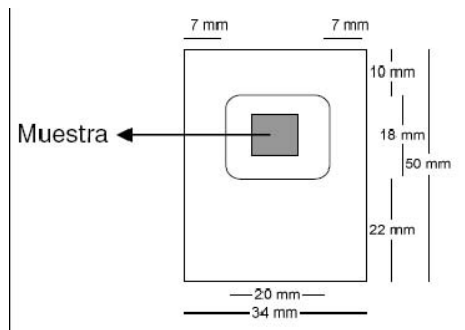
Equipo DRX Marca Rigaku / D/MAX IIIB



1. Montaje:

La muestra fue montada en un portamuestras de Aluminio de llenado frontal.
Como se observa en la Figura 1:

Figura 1. Portamuestras de Aluminio



2. Toma de datos de difracción: Se realizó en el difractómetro marca RIGAKU modelo D/MAX III B bajo las siguientes condiciones:

Voltaje = 40 Kv

Corriente = 20 mA

Rendijas = DS (1.0°) RS (0.3mm) SS (1.0°)

Muestreo=0.02° 2Theta

Rango de medición= 2- 7.0° 2Theta

Radiación= CuK α 1

Monocromador= Grafito

Identificación de fases

Tipo de Barrido= a pasos

Velocidad de barrido= 1 segundo

3. Análisis por Difracción de rayos X: El análisis cualitativo de las fases presentes en la muestra se realizó mediante comparación del perfil observado con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del International Centre For Diffraction Data (ICDD)

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN

El análisis TEM se realiza con el fin de confirmar visualmente la información obtenida mediante los ensayos de microscopía óptica y electrónica de barrido. Con este ensayo se pretende determinar la composición química de los precipitados que se detectaron en el SEM, que dado su tamaño; fue imposible establecer.

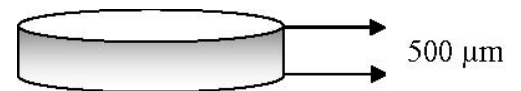
Además se busca encontrar los patrones de difracción para diferenciar cada una de las fases y determinar el tipo de estructura cristalina de las mismas. Esta técnica analítica se basa en la interacción entre la materia y un haz de electrones que al producir rayos X característicos entregan información para cada caso en particular. Su capacidad como técnica de caracterización se debe en parte al principio fundamental que cada elemento de la tabla periódica tiene una estructura única y, por lo tanto, una respuesta distintiva a las ondas electromagnéticas. La preparación de las muestras se llevó a cabo mediante los siguientes pasos:

Paso No. 1. Corte de las muestras con el Cortador Ultrasónico Fotografía 7. Cortador

ultrasónico Marca Gatan.



Figura 2. Probetas obtenidas en el cortador ultrasónico



Paso No. 2: Montaje de la muestra para pulido manual en el Disc Grinder Fotografía 8.

Montaje en cilindro de Pyrex y Disc Grinder



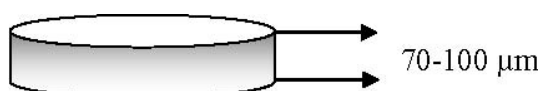
Esta etapa busca disminuir mecánicamente el espesor de la muestra de aproximadamente 500 μm hasta un espesor final de 50-70 μm . Se realiza el montaje de la muestra sobre un cilindro de pirex para facilitar su manipulación y pulido que pasa por lija No 600, 1000 hasta 2000 (Ver Fotografía 17) y posteriormente se hace un pulido fino con lijas especiales de 40, 15 y 5 μm . (Ver fotografía 9) El espesor de la muestra puede ser controlado ópticamente revisando el color del pegante epóxico con el cual se adhiere la muestra al cilindro o con la ayuda de un calibrador. Las dimensiones de las muestras se

muestran en la Figura 3.

Fotografía 9. Disc Grinder



Figura 3. Dimensiones de Disco con el pulido manual



Paso No.3 Pulido de la muestra por el Método Dimple: El objetivo de esta etapa es formar una huella esférica en el centro del disco, donde posteriormente se realiza el pulido iónico. Primero se debe centrar la muestra con la ayuda del estereoscopio en el pulidor mecánico Dimple (Fotografía 19) y se calcula la carga a utilizar dependiendo del tipo de material, en este caso se utilizó una carga de 20 gr, la cual se debe descargar con mucho cuidado sobre la muestra para iniciar el proceso de pulido mecánico con un disco de cobre agregando una solución de polvo de diamante.

El control de la altura de la huella se realiza visualmente teniendo en cuenta el patrón de la Figura 4.

Fotografía 10. Pulidor Mecánico Dimple

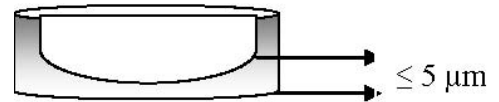


Ubicación de la muestra

Figura 4. Patrón para controlar la altura de la huella

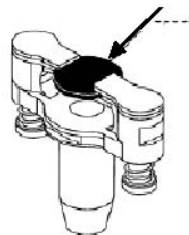


Figura 5. Huella obtenida con el pulidor mecánico – Dimple



Paso No. 4 Pulido Iónico de la muestra - PIPS: Se monta la muestra en el siguiente dispositivo, y luego se realiza el montaje en el PIPS Fotografía 11.

Figura 6. Dispositivo para montaje de la muestra en el PIPS



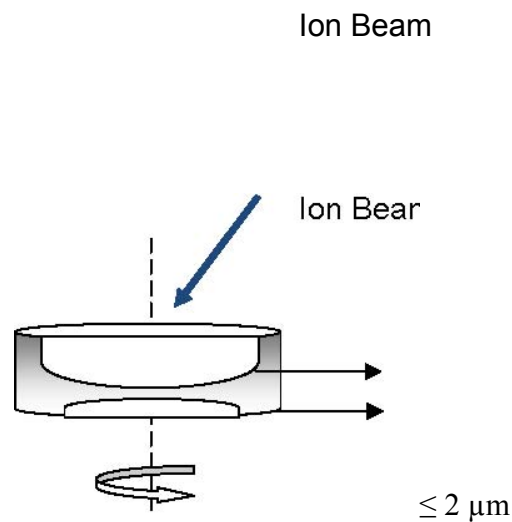
Fotografía 11. Equipo para pulido Iónico PIPS (Sistema de Pulido Iónico de precisión)



Gas: Argón Angulo de los cañones: 10° y 6° Energía: 5 KeV Corriente de los cañones: 20 μ A Velocidad de rotación: 3 rpm

La muestra se centra con la ayuda de los binoculares y se controla según el brillo que adquiera el disco que debe ser electrónicamente transparente (Figura 7) para facilitar su observación en el TEM.

Figura 7. Acabado final de la muestra



Paso No. 5 Observación en el TEM: Luego de obtener una muestra electrónicamente transparente se procede a su observación, análisis y captura de imágenes y espectros EDX en el TEM. Ver fotografía 12.

Fotografía No. 12 Microscopio Electrónico de Transmisión



Para la realización de los ensayos de dureza según norma ASTM E92 se llevaron las muestras correspondientes a las diferentes aleaciones, al Microdurómetro marca Zwick/Roell / ZHV ubicado en la empresa Transejes Colombia. Ver Fotografía 13.

Fotografía 13. Microdurómetro marca Zwick/Roell / ZHV



Para los ensayos de tensión fueron utilizadas las probetas según norma ASTM E8, de la sección micro probetas, el modelo de la probeta se encuentra en la fotografía

14.

Fotografía 14. Probeta utilizada para los ensayos de tracción.



Estos ensayos fueron realizados en la maquina universal Shimadzu / AG-I 250KN, que se encuentra en la fotografía 15.

Fotografía 15. Máquina universal Shimadzu / AG-I 250KN



ANALISIS TÉRMICO

El ensayo DSC se realizo utilizando un calorímetro TA Instruments, DSC 2920 propiedad del Grupo de Catalizadores y Adsorbentes de la Universidad de Antioquia, que puede trabajar en un rango entre -70°C a 700°C . Fotografía 16.

Fotografía 16. DSC

