

**EVALUACIÓN DE UN REVESTIMIENTO REFRACTARIO OBTENIDO A PARTIR
DE CAL VIVA Y ARENA SÍLICE EN EL PROCESO DE MICROFUNDICIÓN DE
JOYAS PRE-ENGASTADAS CON ESMERALDAS COLOMBIANAS**

EDUARD HERNANDO OSSES ARIZA

DIANA ROCÍO GARCÍA GALVIS

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS

ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES

GRUPO DE DESARROLLO Y TECNOLOGÍA DE NUEVOS MATERIALES

BUCARAMANGA

2015

**EVALUACIÓN DE UN REVESTIMIENTO REFRACTARIO OBTENIDO A PARTIR
DE CAL VIVA Y ARENA SÍLICE EN EL PROCESO DE MICROFUNDICIÓN DE
JOYAS PRE-ENGASTADAS CON ESMERALDAS COLOMBIANAS**

EDUARD HERNANDO OSSES ARIZA

DIANA ROCÍO GARCÍA GALVIS

**TRABAJO DE GRADO PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO
METALÚRGICO**

DIRECTOR:

DR. ARNALDO ALONSO BAQUERO

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS

ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES

GRUPO DE DESARROLLO Y TECNOLOGÍA DE NUEVOS MATERIALES

BUCARAMANGA

2015

DEDICATORIAS

A Dios por todas las bendiciones que me ha brindado y encontrar siempre una respuesta en él.

Agradezco enormemente a mi madre Ofelia y mi hermana Adriana por ser las personas más especiales que me han apoyado incondicionalmente toda mi vida con la misma entrega, enseñándome que el esfuerzo, amor y dedicación son lo necesario para triunfar.

A mi tío Eliecer por su valiosa compañía y apoyarme como un padre durante todos estos años.

Con estas palabras quiero agradecer a Mi tío Jaime y su señora Martha por las buenas intenciones y oportunidades que me brindaron para culminar mi formación profesional.

A mi prima Dora Helena por ser mi mayor ejemplo de disciplina y responsabilidad.

A mis amigas Linda, Angie y Karen por brindarme su compañía, apoyo y amistad llena de buenos consejos.

<< Eduard H. Osses Ariza >>

AGRADECIMIENTOS

Agradecimientos al Laboratorio de Rayos-X del Parque Tecnológico Guatiguará por el soporte y servicio técnico y profesional.

Agradecemos al Laboratorio de Microscopía de la Universidad Industrial de Santander – Parque Tecnológico de Guatiguará y su personal, por el servicio de microscopía suministrado para la adquisición de datos.

A COLCIENCIAS y a las empresas Oro & Arte Joyeros y Colombian EU, por la financiación del presente Trabajo de Grado a través del proyecto titulado “EVALUACIÓN DE UN REVESTIMIENTO REFRACTARIO OBTENIDO A PARTIR DE CAL VIVA Y ARENA SÍLICE EN EL PROCESO DE MICROFUNDICIÓN DE JOYAS PRE-ENGASTADAS CON ESMERALDAS COLOMBIANAS” para su implementación en la joyería con esmeraldas Colombianas (Código Colciencias: 1102-502-27903, Código UIS: 9418)

Al Dr. Arnaldo Alonso Baquero por el acompañamiento académico como director de proyecto

A La profesora PhD. Elcy María Córdoba Tuta por la asesoría profesional y administrativa.

La Ingeniera Carlina Sofía Londoño por el apoyo personal, académico y profesional durante todo el desarrollo del proyecto grado.

Al cuerpo técnico de la planta de aceros por el desempeño instrucción de labores primordiales de laboratorio.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	19
1. OBJETIVOS	20
1.1 OBJETIVO GENERAL	20
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	20
2. CONCEPTOS TEÓRICOS	21
2.1 ARENA SÍLICE.....	21
2.1.1 Clasificación de la arena sílice	21
2.1.2 Polimorfismo de la sílice, SiO ₂	21
2.2 CAL.....	22
2.2.1 Caliza, CaCO ₃	22
2.2.2 Cal viva, CaO.....	23
2.2.3 Cal apagada, Ca(OH) ₂	23
2.3 FUNDICIÓN A LA CERA PERDIDA	23
2.3.1 Método de pre-engaste	24

2.4	SULFATO DE CALCIO, CaSO_4	25
2.5	SILICATO DE SODIO, Na_2SiO_3	26
2.5.1	Proceso silicato de sodio - CO_2	26
2.6	REVESTIMIENTO COMERCIAL O TRADICIONAL EN EL PROCESO DE MICROFUNDICIÓN DE JOYERÍA	27
2.7	ESMERALDAS	27
3	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	29
3.1	CARACTERIZACIÓN DE MATERIAS PRIMAS.....	30
3.1.1	Caracterización de arena sílice, cal viva y yeso	30
3.2	PREPARACIÓN DE MATERIAS PRIMAS PARA LA SINTERIZACIÓN PARCIAL	31
3.2.1	Preparación de arena sílice y cal viva	31
3.2.2	Distribución granulométrica de la arena sílice y cal viva tratadas.....	31
3.3	OBTENCIÓN DEL REFRACTARIO	31
3.3.1	Elaboración de mezclas Arena sílice – Cal viva – Agua destilada.....	31
3.4	PREPARACIÓN DEL MATERIAL REFRACTARIO PARA MICROFUNDICIÓN ..	33

3.5	CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL REFRACTARIO.....	33
3.5.1	Caracterización morfológica y cristalográfica.....	33
3.6	DESARROLLO DE REVESTIMIENTOS REFRACTARIOS.....	34
3.6.1	Determinación de las proporciones en peso de los refractarios A y B con los aglomerantes y relación Agua – Polvo	34
3.6.2	Procedimientos generales para la fabricación de los revestimientos.....	34
3.6.3	Análisis térmicos de las mezclas refractarias.....	35
3.6.4	Tratamientos térmicos de las mezclas refractarias	35
3.7	CARACTERIZACIÓN DE REVESTIMIENTOS	36
3.7.1	Tiempo de trabajo y tiempo de fraguado.....	36
3.7.2	Caracterización propiedades físico-mecánicas.....	36
3.8	PROCESO DE MICROFUNDICIÓN	36
3.8.1	Microfundición preliminar	36
3.8.2	Microfundición a la cera perdida con el pre-engaste de esmeraldas colombianas	37
3.8.3	Análisis de los prototipos colados y esmeraldas pre-engastadas.....	38
4	RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	38
4.1	CARACTERIZACIÓN DE MATERIAS PRIMAS.....	38

4.1.1	Caracterización arena sílice.....	38
4.1.1.1	Composición química y cristalográfica	38
4.1.1.2	Análisis granulométrico.....	38
4.1.1.3	Forma de grano.....	39
4.1.2	Caracterización cal viva.....	39
4.1.2.1	Composición química y cristalográfica	39
4.1.3	Caracterización yeso	40
4.1.4	Caracterización silicato de sodio	40
4.2	PREPARACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS	40
4.2.1	Distribución granulométrica de la arena sílice y cal viva tratadas.....	40
4.3	OBTENCIÓN DEL REFRACTARIO	41
4.3.1	Elaboración de mezclas Sílice - Cal viva.....	41
4.3.2	Sinterización parcial.....	42
4.4	CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL REFRACTARIO.....	44
4.4.1	Caracterización morfológica y cristalográfica	44
4.4.2	Distribución granulométrica de los refractarios A y B.....	46
4.4.3	Desarrollo del revestimiento refractario	46
4.4.3.1	Experimentación con las proporciones en peso de los refractarios A y B con yeso y relación agua – polvo.....	46
4.4.3.2	Experimentación con las proporciones en peso de los refractarios A y B con silicato de sodio y relación agua-polvo.....	51
4.4.3.3	Medición del tiempo de trabajo y fraguado.....	54
4.4.3.4	Análisis térmico mezclas refractario – yeso y refractario – Na ₂ SiO ₃	57

4.4.1	Caracterización de revestimientos refractarios	58
4.4.1.1	Determinación de propiedades físico-mecánicas	58
4.4.2	Proceso de microfundición	62
4.4.2.1	Selección de la mezcla refractaria para microfundición	62
4.4.2.2	Análisis del comportamiento del revestimiento en colada preliminar	64
4.4.2.3	Aplicación de los revestimientos refractario/ yeso con esmeraldas colombianas pre-engastadas	67
5	CONCLUSIONES.....	72
6	RECOMENDACIONES	74
	REFERENCIAS	75
	BIBLIOGRAFÍA.....	77
	ANEXOS.....	80

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1 .Principales propiedades del silicato de sodio	40
Tabla 2. Resultados de difracción de Rayos X para el refractario A (80% sílice – 20% Cal viva)	45
Tabla 3. Resultados de difracción de Rayos X para el refractario B (75% sílice – 25% Cal viva	45
Tabla 4. Mezclas refractario/aglomerante empleadas para las pruebas de tiempo de trabajo y tiempo de fraguado.....	55
Tabla 5. Principales propiedades de la mezcla comercial y mezclas para microfundición.....	63

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1 . Fundición a la cera perdida.....	24
Figura 2 . Molde en cera con gemas pre-engastadas.....	25
Figura 3 . Esquema de la metodología experimental.....	29
Figura 4 .Sinterización parcial de las mezclas 80/20 y 75/25 de arena sílice y cal viva.	32
Figura 5 . Procedimientos generales de elaboración de los revestimientos. A) Yeso B) Silicato de sodio	34
Figura 6 . Tratamientos térmicos de los revestimientos refractarios para cada tipo de aglomerante.....	35
Figura 7 . Modelo en cera y pre-engaste de esmeraldas colombianas. a) Esmeralda sin recubrir b) Modelo de cera c) Esmeralda recubierta	37
Figura 8 . Distribución granulométrica arena sílice natural	39
Figura 9 . Arena sílice de grano angular	39
Figura 10 . Distribución granulométrica de la arena sílice y cal viva molidas y clasificadas.	41
Figura 11 . Análisis SEM/EDS lechada 80% sílice- 20% cal y 43 mL H ₂ O destilada por cada 100 g de polvo.	42
Figura 12 . Curva termogravimétrica y de flujo de calor (DSC) de la mezcla de arena sílice y cal viva.....	43
Figura 13 . Análisis de SEM/EDS del material refractario B 80% sílice y 20% cal viva.	44
Figura 14 . Distribución granulométrica.....	46
Figura 15 . Esquema del procedimiento experimental en mezclas refractario - yeso	47
Figura 16 . Resultado de elaborar mezclas de proporción 60% refractario – 40% yeso con las relaciones de agua/polvo comprendidas entre 30 y 60 mL por cada 100 g de polvo.	48
Figura 17 . Resultado de elaborar mezclas de proporción 70% refractario – 30% yeso con las relaciones de agua/polvo comprendidas entre 30 y 60 mL por cada 100 g de polvo.	48
Figura 18 . Resultado de elaborar mezclas de proporción 80% refractario - 20% yeso con las relaciones de agua/polvo comprendidas entre 30 y 60 mL por cada 100 g de polvo.	49

Figura 19. Procedimiento experimental teniendo en cuenta el porcentaje de yeso	50
Figura 20 Esquema del procedimiento experimental en mezclas refractario – silicato de sodio.	51
Figura 21. Esquema del procedimiento experimental en mezclas refractario – silicato de sodio variando la cantidad de agua destilada.	52
Figura 22. Esquema del procedimiento experimental en mezclas refractario – silicato de sodio variando la cantidad de agua destilada y agente aglomerante....	53
Figura 23. Pruebas preliminares de tiempo de fraguado con 30 y 40% de silicato de sodio	54
Figura 24. Pruebas preliminares de tiempo de fraguado 50% de silicato de sodio	54
Figura 25. Tiempo de trabajo.	56
Figura 26. Tiempo de fraguado.	56
Figura 27. Curva termogravimétrica y de flujo de calor (DSC) de la mezcla refractaria refractario/yeso.	57
Figura 28. Curva termogravimétrica y de flujo de calor (DSC) de la mezcla refractaria refractario/ Na_2SiO_3	57
Figura 29. Resultados de Resistencia a la compresión y permeabilidad	59
Figura 30. Resultado pruebas de choque térmico de revestimientos refractarios aglomerados con yeso.	60
Figura 31. Resultados prueba de choque térmico de revestimientos refractarios aglomerados con silicato de sodio.	61
Figura 32. Variación de la resistencia a la compresión de los revestimientos refractario/yeso por choque térmico.....	61
Figura 33. Micrografías SEM revestimiento refractario A/ Yeso 50:100 ml/g 1) 250x 2) 2000x 3) Análisis EDS en a b) Análisis EDS en b.....	64
Figura 34. Comportamiento del revestimiento refractario B / Yeso 71/29 50/100 ml/g en colada preliminar.....	65
Figura 35. Resultado de la fundición preliminar con revestimiento refractario B / Yeso 71/29 50:100 ml/g	67
Figura 36. Resultado de la fundición con esmeraldas pre-engastadas.....	68
Figura 37 Resultado de la fundición con esmeraldas pre-engastadas.....	69
Figura 38. Análisis cualitativo de las esmeraldas pre-engastadas después de la fundición	71

LISTA DE ANEXOS

pág.

Anexo A. 1) Análisis de Fluorescencia de Rayos X de la arena sílice. 2) Análisis de difracción de Rayos X de la arena sílice.	80
Anexo B. 1) Análisis de Fluorescencia de Rayos X de la cal viva. 2) Análisis de difracción de Rayos X de la cal viva.	81
Anexo C. Ficha técnica del yeso ortopédico Tipo Alfa. Sulfato de Calcio Hemihidratado.....	82
Anexo D. 1) Análisis de Fluorescencia de Rayos X del yeso. 2) Análisis de difracción de Rayos X del yeso.	83
Anexo E. Tiempo de Fraguado y Tiempo de trabajo para las mezclas con adecuada viscosidad. 1) Mezclas: Refractario A / Yeso. 2) Mezclas: Refractario B / Yeso. 3) Mezclas: Refractario A/Na ₂ SiO ₃ . 4) Mezclas: Refractario A/Na ₂ SiO ₃	84
Anexo F. Resultados análisis de microscopía electrónica de barrido y Espectroscopia de energía dispersa para la mezcla de arena sílice y cal viva.....	85
Anexo G. Resultados análisis de microscopía electrónica de barrido y Espectroscopia de energía dispersa para el refractario B.	85
Anexo H. Resultados análisis de microscopía electrónica de barrido y Espectroscopia de energía dispersa para el refractario A.	86
Anexo I . Resultados análisis de microscopía electrónica de barrido y Espectroscopia de energía dispersa para el revestimiento refractario A/Yeso 69/21, 50:100 ml/g.	86

RESUMEN

TÍTULO: EVALUACIÓN DE UN REVESTIMIENTO REFRACTARIO OBTENIDO A PARTIR DE CAL VIVA Y ARENA SÍLICE EN EL PROCESO DE MICROFUNDICIÓN DE JOYAS PRE-ENGASTADAS CON ESMERALDAS COLOMBIANAS*

AUTORES: OSSES ARIZA Eduard Hernando
GARCÍA GÁLVIS Rocío Diana**

PALABRAS CLAVES: microfundición, aglomerantes, pre-engaste, cera perdida, sílice, sinterización, revestimiento.

DESCRIPCIÓN:

Los revestimientos tradicionales utilizados en la fundición de joyas con aleaciones preciosas, se elaboran a partir de partículas refractarias unidas por fases aglomerantes. El molde convencional para microfundición consiste en una mezcla de partículas de sílice (en forma de cuarzo y cristobalita) aglomeradas con yeso (sulfato de calcio dihidratado). En este trabajo se evaluó la aplicación en microfundición de joyas pre-engastadas con esmeraldas colombianas una nueva fase refractaria de sílice y especies de silicato de calcio tales como: wollastonita y pseudowollastonita ($\text{Ca}_x\text{SiO}_{x+2}$), obtenidas a partir de la sinterización parcial de arena sílice con cal viva.

La elaboración de los moldes de microfundición con la novedosa fase refractaria se lograron con adición de silicato de sodio y yeso, etapa en la cual, se establecieron rangos de composición refractario/aglomerante y relaciones agua/polvo que reunieron las propiedades térmicas y físico-mecánicas de resistencia a la compresión, permeabilidad y resistencia al choque térmico requeridas para el proceso de microfundición a la cera perdida.

Finalmente se colaron prototipos de anillos con esmeraldas pre-engastadas con el objetivo de evaluar el desempeño del revestimiento mediante el acabado superficial y defectos de fundición en las piezas fundidas, a su vez se estimó el daño sobre las esmeraldas por la temperatura del metal líquido.

*Trabajo de Grados

**Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Director: Dr. Arnaldo Alonso Baquero.

ABSTRACT

Title: EVALUATION OF A REFRACTORY LINING MADE FROM SILICA SAND LIME AND IN THE PROCESS OF PRE-MICROCASTING JEWELRY WITH COLOMBIAN EMERALDS.

AUTHORS: ARIZA OSSES Eduard Hernando

GARCIA GALVIS Diana Rocio **

KEYWORDS: microcasting, binders, pre-setting, lost wax, silica sinter coating.

DESCRIPTION:

Traditional coatings used for casting jewelry with precious alloys are made from refractory particles bound by binder phases. The conventional investment casting mold comprises a mixture of silica particles (in the form of quartz and cristobalite) bonded with gypsum (calcium sulfate dihydrate). In this paper the application was evaluated for Investment Casting of pre-Colombian emeralds set with a new refractory phase silica and calcium silicate species such as jewelry: wollastonite and pseudowollastonite ($\text{Ca}_x\text{SiO}_x + 2$), obtained from the partial sintering of sand silica with quicklime.

The development of molds microcasting with the new refractory phase is achieved with the addition of sodium silicate and gypsum stage which ranges refractory / binder composition and water / dust that met the mechanical physical and thermal properties were established of compressive strength, permeability and thermal shock resistance required for the process of lost wax investment casting.

Finally prototypes rings with pre-set with the objective of evaluating the performance of the coating by surface finish and casting defects in castings turn on emeralds damage was estimated by the temperature of liquid metal slipped emeralds.

* Work degree

** Faculty of Physicochemical's Engineering. School of Metallurgical Engineering and Materials science. Director: Dr. Arnaldo Alonso Baquero.

INTRODUCCIÓN

Las mezclas elaboradas para la obtención de revestimientos refractarios usados en el proceso de microfundición a la cera perdida, proporcionan los moldes que se requieren para la fabricación de piezas complejas. Los moldes tradicionales para microfundición de joyería están hechos de partículas refractarias de sílice (cuarzo- α y cristobalita- α) aglomeradas por sulfato de calcio hemihidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) [15]. Por otra parte engastar piedras preciosas en un modelo de cera (pre-engaste) y colar directamente el metal alrededor de ellas, ha resultado ser ventajoso con piedras sintéticas, reduciendo significativamente costos y tiempos de fabricación. Este procedimiento requiere controlar cuidadosamente, el diseño del llenado, la temperatura de colada y el flujo de metal para evitar daños a las piedras. Piezas pre-engastadas con esmeraldas se han fundido con éxito, pero no se recomiendan para altos ciclos de producción debido a las amplias variaciones de la gema. [18]

Este trabajo evaluó el desempeño de una nueva fase refractaria que consistió además de cuarzo y cristobalita, de otras especies como wollastonita y pseudowollastonita. Para lograr con éxito esta novedosa fase en la elaboración de revestimientos para el procedimiento de microfundición con pre-engaste de esmeraldas, la experimentación inició con la caracterización de los aglomerantes y las materias primas usadas en la obtención del material refractario, seguido por la determinación de las proporciones refractario/aglomerante y agua/polvo, consiguiendo los tiempos de fraguado y trabajo adecuados para las mezclas con yeso y silicato de sodio, luego se caracterizaron las propiedades térmicas y físico-mecánicas (resistencia a la compresión, permeabilidad y resistencia al choque térmico) de las mezclas anteriores, finalizando con el análisis de las piezas coladas y esmeraldas pre-engastadas (con y sin recubrimientos) obtenidas con dos revestimientos del material refractario novedoso aglomerados con yeso.

1. OBJETIVOS

1.1 OBJETIVO GENERAL

Evaluar la aplicación de un revestimiento refractario obtenido a partir de cal viva y arena sílice, aglomerado con yeso y silicato de sodio para el proceso de microfundición de joyas pre-engastadas con esmeraldas colombianas.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar las materias primas empleadas en la producción del revestimiento refractario.
- Analizar la producción de especies $\text{Ca}_x\text{SiO}_{x+2}$ a través de la sinterización parcial de mezclas con diferentes relaciones de arena sílice y cal viva.
- Caracterizar física, mecánica y térmicamente los revestimientos producidos con los distintos agentes aglomerantes.
- Colar prototipos de joyas pre-engastadas con esmeraldas colombianas para evaluar experimentalmente el comportamiento del revestimiento refractario.

2. CONCEPTOS TEÓRICOS

2.1 ARENA SÍLICE

El término arena se refiere a los materiales que se componen de pequeños granos que están en un rango de tamaño de partícula comprendido entre 0,05 a 2,0 mm [10]. Las partículas constituyentes pueden ser elementos o compuestos de una amplia variedad de sustancias artificiales o naturales. La arena sílice es un material granular compuesto de partículas minerales naturales, donde el componente dominante es el cuarzo (la forma de sílice cristalina más abundante); su composición química consiste en dióxido de silicio (SiO_2) y cuenta con una estructura de tetraedros SiO_4 con vértices comunes, donde un átomo de silicio está unido con enlace covalente a 4 átomos de oxígeno. Otros componentes que generalmente se incluyen son el aluminio, feldespato y minerales de hierro.

2.1.1 Clasificación de la arena sílice La arena sílice se utiliza principalmente en la fundición y se suele clasificar de acuerdo a las normas y especificaciones técnicas de esta actividad. Actualmente las arenas de fundición se clasifican satisfactoriamente por su número de finura, distribución y la clase de forma del grano [12].

2.1.2 Polimorfismo de la sílice, SiO_2 Los minerales de sílice tienen una composición química formada por un átomo de silicio y dos átomos de Oxígeno (Dióxido de silicio, SiO_2) y las formas cristalinas más comunes son cuarzo, tridimita, cristobalita, coesita y stishovita [11]. Estos minerales son diferentes en sus estructuras, simetría, propiedades físicas, etc., pero con la misma composición química, SiO_2 , por lo tanto, se denominan polimorfos.

Los polimorfismos de la sílice primarios son el cuarzo, tridimita y cristobalita. Existen rangos de estabilidad para cada uno: Cuarzo $875^{\circ}\text{C} / \Delta v = 16,5\%$ \rightarrow Tridimita $1470^{\circ}\text{C} / \Delta v = -2,05\%$ \rightarrow Cristobalita y cada cambio de especie involucra significativas variaciones de volumen [11]. Simultáneamente en una misma fase ocurren variaciones de longitud y dirección de los enlaces de sus tetraedros involucrando cambios de estructura cristalina y volumen. Resaltando la inversión del cuarzo- α (romboédrico) al cuarzo- β (hexagonal) que es reversible, tiene lugar a los 573°C y produce un aumento de volumen del 1,36%.

2.2 CAL

Tradicionalmente se ha nombrado cal al producto que proviene de la calcinación de la piedra caliza CaCO_3 , pero el término de cal también se utiliza para cubrir todos los aspectos del elemento cálcico. Generalmente, el término cal incluye la piedra caliza (carbonato de calcio, CaCO_3), cal viva (óxido de calcio, CaO) y cal apagada o cal hidratada (hidróxido de calcio, $\text{Ca}(\text{OH})_2$). Es esencial distinguirlos, pues se tratan de compuestos totalmente distintos.

2.2.1 Caliza, CaCO_3 Las calizas son rocas sedimentarias, formadas por depósitos de los productos de alteración química y física, que se componen esencialmente de calcita, carbonato de calcio (CaCO_3) y es el más abundante de los precipitados en las rocas sedimentarias. La caliza corriente contiene un 97% de carbonato de calcio y magnésico; de 30-56% de CaO , 0,2-21% de MgO y hasta un 3% de óxidos de arcilla. [14]

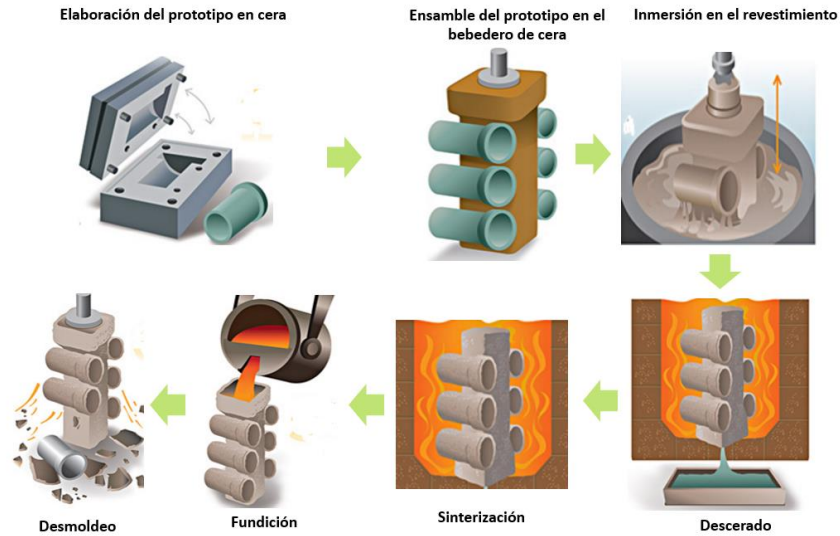
2.2.2 Cal viva, CaO Cuando a una caliza, CaCO_3 , más o menos pura se le calcina a una temperatura comprendida entre $900\text{ }^\circ\text{C}$ y $1000\text{ }^\circ\text{C}$ se descompone, produciendo dióxido de carbono, que es gaseoso junto con los demás productos de la calcinación obteniéndose el óxido de calcio $\text{CaCO}_3 + \text{Calor} \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$, más conocido como cal viva y pequeñas partes de caliza sin reaccionar, debido a que dicha reacción no ocurre por completo.

2.2.3 Cal apagada, Ca(OH)_2 La cal viva es un sólido inestable, debido a su gran capacidad de adquirir agua, incluso la que se encuentra presente en la atmósfera y sustancias orgánicas. La hidratación desprende calor y conduce a la transformación de la cal viva CaO en hidróxido de calcio o cal apagada Ca(OH)_2 . De acuerdo a la siguiente ecuación $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca(OH)}_2 + 15100$ calorías. [14]

2.3 FUNDICIÓN A LA CERA PERDIDA

El proceso de fundición a la cera perdida se le llama así, porque se debe producir tanto la pieza como todo el sistema de alimentación en cera. Una vez que se ha fabricado este modelo se recubre con material refractario llamado revestimiento, para crear el molde. [8] Después de solidificado el revestimiento, la cera, integrada en él, se funde o vaporiza dentro de un horno de forma invertida dejando la cavidad con las dimensiones del modelo original, seguido se calienta a mayor temperatura para sinterizar el molde y darle las propiedades requeridas para permitirle al metal líquido en fusión penetrar y ocupar la cavidad. Por último el revestimiento se rompe para poder extraer el ejemplar de metal fundido. Véase figura 1.

Figura 1 . Fundición a la cera perdida.



Fuente: SIDDHI CAST PVT. LTD. Disponible en: <http://siddhicast.com/process-2>

2.3.1 Método de pre-engaste El método de pre-engaste o “Stone in place” consiste en ajustar las piedras en un modelo de cera (véase la figura 2) y fundir el metal directamente alrededor de ellas. En este procedimiento se debe controlar cuidadosamente la temperatura de fusión, cambios bruscos de temperatura y flujo de metal para lograr buenos resultados. Las piedras preciosas pre-engastadas suelen ser de alta calidad especialmente sin inclusiones y talladas con precisión. La esmeralda es inadecuada para este proceso por ser muy sensible a la temperatura perdiendo sus propiedades por encima de 350-400 °C; una alternativa para mejorar esto son los untos que forman una capa que aíslan a la gema de la temperatura del metal fundido. [18]

Figura 2. Molde en cera con gemas pre-engastadas



Fuente: Prototipo en cera para joyería, disponible en <http://www.hafner-guss.de>

2.4 SULFATO DE CALCIO, CaSO_4

El mineral de sulfato de calcio es un espécimen de roca sedimentaria formada principalmente por la precipitación de salmueras evaporadas en un clima seco. Se produce por la acción de ácido sulfúrico u otros componentes de azufre sobre minerales con contenido en calcio. Este mineral naturalmente existe en dos tipos, yeso y anhidrita. El yeso, es la forma dihidratada del sulfato de calcio ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) y la anhidrita, la forma anhidra (CaSO_4), pero existe una fase intermedia entre la anhidrita y el yeso, se trata de sulfato de calcio hemihidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$), conocido como “plaster of Paris” o yeso de París [6]. El hemihidrato ocurre en dos formas distintas α y β . Ambas formas se producen a partir del sulfato de calcio dihidratado, pero sometido a procesos de producción diferentes. La forma α es preparada por vía húmeda con soluciones de ácido o sales y la forma β por calentamiento en aire seco. Las dos formas difieren en su reactividad con el agua, en la resistencia de los productos de hidratación, (siendo superior en el caso del hemihidratado α), en el tamaño y disposición de los cristales [13].

2.5 SILICATO DE SODIO, Na_2SiO_3

Los silicatos de sodio son soluciones alcalinas, frecuentemente llamadas como vidrios solubles. Son producidos por la fusión de la arena sílice de alta pureza SiO_2 y carbonato de sodio Na_2CO_3 a $1100\text{-}1200\text{ }^\circ\text{C}$ $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{SiO}_2 \rightarrow \text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{CO}_2$. El producto es un vidrio que se disuelve con vapor a alta temperatura para formar un líquido transparente ligeramente viscoso [11].

El silicato está formado principalmente por dióxido de silicio, óxido de sodio y cierta cantidad de agua, por lo tanto, la composición química puede expresarse en general como $m\text{Na}_2\text{O } n\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ [2]. La relación $\% \text{SiO}_2 / \% \text{Na}_2\text{O}$ se refiere al módulo del silicato y es la característica más importante junto con la viscosidad y densidad para describir el comportamiento de este.

En fundición se usa el silicato como aglomerante para elaborar noyos y moldes con módulos bajos y altos que van desde 2,0 a 3,2 respectivamente, teniéndose frecuentemente los mejores resultados con módulos intermedios de 2,4. [14]

2.5.1 Proceso silicato de sodio - CO_2 En el proceso silicato de sodio – CO_2 ocurre la siguiente reacción química: $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2 \rightarrow \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [4]. Para esto, se utiliza al silicato de sodio como aglomerante y de agente endurecedor o catalizador gas CO_2 . En este proceso las especies del silicato en presencia del gas se acidifican y entrecruzan gelificándose con producción de carbonato de sodio Na_2CO_3 . La red de gel es un sólido amorfo ($\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) [11] con propiedades químicas estables y muy poroso. Los noyos y moldes obtenidos con este proceso muestran moderada resistencia; como efecto del endurecimiento más o menos elevado.

2.6 REVESTIMIENTO COMERCIAL O TRADICIONAL EN EL PROCESO DE MICROFUNDICIÓN DE JOYERÍA

Los revestimientos comerciales para microfundición de joyería se fabrican adicionando 40 mL de agua por cada 100 g de la mezcla de material refractario con 70 - 75% de sílice (cuarzo α y cristobalita α) y 20 – 25% de sulfato de calcio hemihidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot (1/2)\text{H}_2\text{O}$), como aglomerante. [15]

La presencia de yeso le confiere a los revestimientos comerciales una excelente capacidad de copiar los detalles de los modelos de cera, dada por su granulometría fina (finura del orden 200 a 325 mallas [publicación de ing mecánica]) y forma acicular que posee. No obstante tales revestimientos se caracterizan por su baja permeabilidad, lo que obliga a elevar la temperatura de colada ($\approx 1100\text{ }^\circ\text{C}$ [15]) para favorecer el llenado completo del molde [3]. Por otra parte, la sílice y sulfato de calcio hemihidratado presentan expansión y contracción térmica respectivamente, durante los ciclos de sinterización del molde y colada, alterándose la réplica exacta del modelo de cera, de modo que se producen piezas defectuosas. [19]

2.7 ESMERALDAS

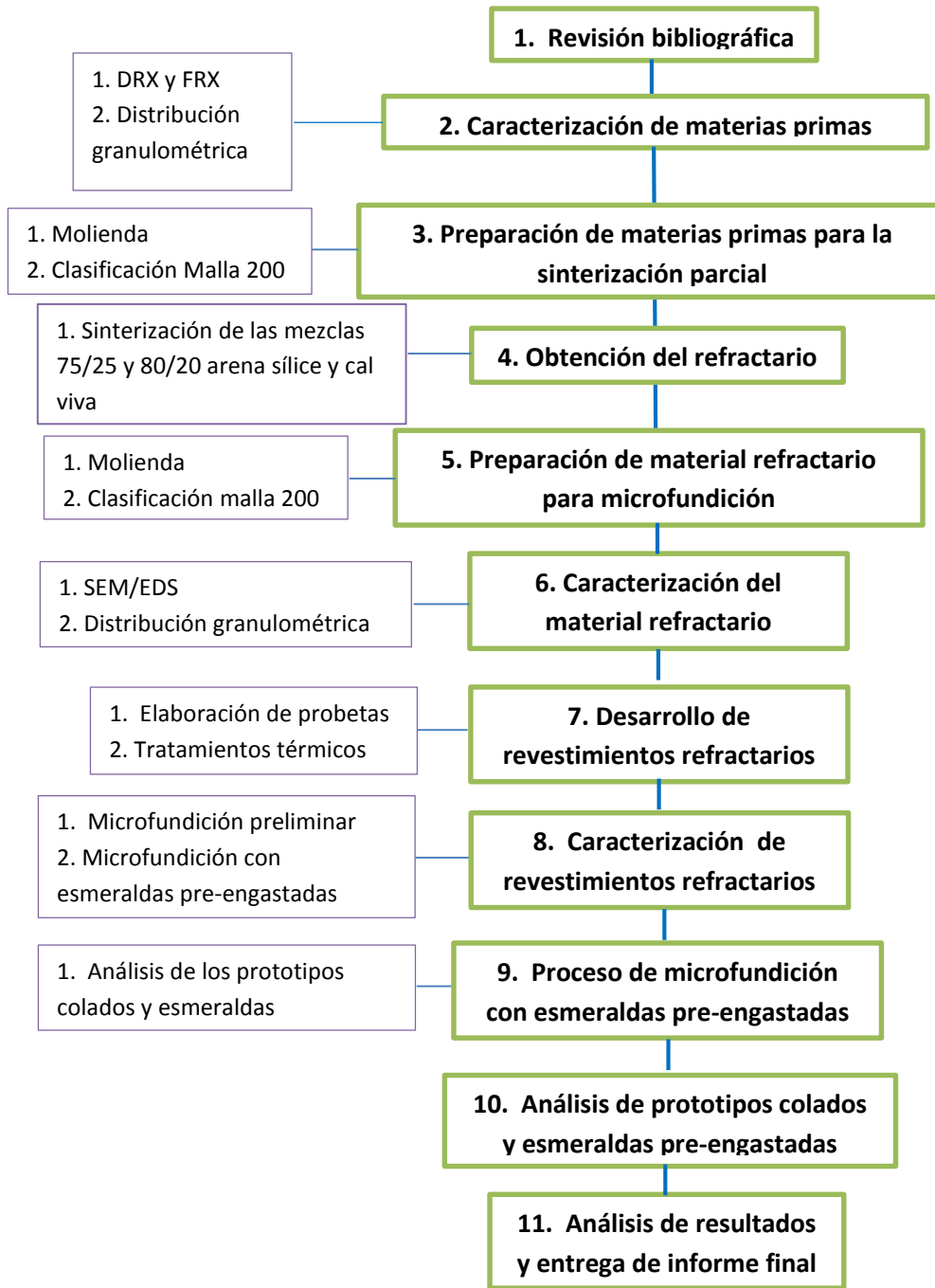
La esmeralda es una variedad verde del mineral berilo; que es un ciclosilicato de berilio y aluminio con fórmula química $\text{Be}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_3)_6$ que crece en forma de cristales hexagonales, vítreos y traslúcidos. El color verde y su profundidad son causados por trazas de cromo y vanadio. El hierro suele estar asociado como inclusión en la esmeralda y se encarga de darle ligeros matices de azul.

La esmeralda, es catalogada como piedra preciosa debido a su hermoso color verde, combinado con la durabilidad y rareza, convirtiéndose en una de las más valiosas. El color verde oscuro es el más deseado y entre más pálido sea éste, menor será su valor, tanto así que las piedras muy pálidas no son llamadas esmeraldas sino "verde Beryl".

3 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Esquema de la metodología experimental usada para este proyecto de investigación. Figura 3.

Figura 3. Esquema de la metodología experimental



3.1 CARACTERIZACIÓN DE MATERIAS PRIMAS

3.1.1 Caracterización de arena sílice, cal viva y yeso Las materias primas utilizadas fueron naturales y elaboradas. A fin de estimar su pureza, las técnicas de fluorescencia de Rayos X (FRX) y difracción de Rayos X (DRX) se realizaron para determinar la composición química y fases cristalinas presentes en la arena sílice, cal viva y yeso. Los análisis se ejecutaron con los equipos difractor de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE y espectrómetro secuencial de Fluorescencia de Rayos-X de longitud de onda dispersiva de 4KW marca BRUKER modelo S8 TIGER.

3.1.2 Distribución granulométrica de la arena sílice natural Con la intención de conocer el tamaño, distribución y finura de las partículas de la arena sílice natural, se llevaron a cabo los métodos estándar AFS 1105-00S y AFS 1106-00-S de la American Foundry Society (A.F.S) [12] que describen ensayos de análisis granulométrico e índice de finura respectivamente. Dicho análisis se realizó a través de máquina Ro-Tap marca SINTOROGIO modelo SS.

3.1.3 Caracterización del silicato de sodio El silicato de sodio se usó como aglomerante, para evaluar su desempeño fue necesario determinar su módulo (relación $\%SiO_2/\%Na_2O$) por titulación química, la viscosidad en viscosímetro marca BROOKFIELD modelo RVDV-III +, pH por medio pH-metro marca HACH modelo SENSION + PH1 y densidad mediante picnómetro.

3.2 PREPARACIÓN DE MATERIAS PRIMAS PARA LA SINTERIZACIÓN PARCIAL

3.2.1 Preparación de arena sílice y cal viva Estimada la composición química y mineralógica de la arena sílice y cal viva (usadas para producir el material refractario) se procedió a reducir el tamaño de ambas, en un molino de bolas marca JOY DENVER modelo 200858 y clasificarlas como pasante de la malla Tyler # 200, con el fin de aumentar la interfase entre las partículas de estos polvos favoreciendo la aparición de las especies de silicato de calcio ($\text{CaO}_x\text{SiO}_{x+2}$).

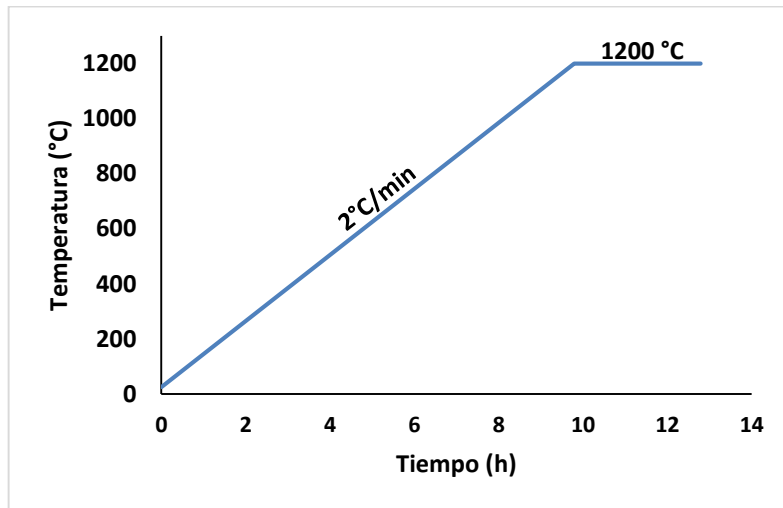
3.2.2 Distribución granulométrica de la arena sílice y cal viva tratadas La arena sílice y cal viva, con las que se trabajó poseían una granulometría menor a las 200 mallas, con el objetivo de conocer la distribución de las partículas en cada una de estas materias primas, se procedió a realizar el respectivo análisis granulométrico con una serie de mallas número 200, 270, 325, 400 y bandeja durante un periodo de 8 minutos según se describe en la norma ASTM D-422. Al mismo tiempo, se determinó la forma del grano de la arena por el procedimiento AFS 1107-00-S [12].

3.3 OBTENCIÓN DEL REFRACTARIO

3.3.1 Elaboración de mezclas Arena sílice – Cal viva – Agua destilada En la primera etapa de obtención del material refractario se prepararon lechadas con dos diferentes proporciones de arena sílice y cal viva (%sílice/%cal viva), 80/20 para el Refractario A y 75/25 para el Refractario B. Las dos composiciones fueron mezcladas con un agitador mecánico marca IKA modelo RW 20 DIGITAL DS1 a 1000 RPM, adicionando 43 mL y 48 mL de agua destilada por cada 100 g de polvo respectivamente [15]. Lo anterior se hizo con el fin de evaluar el efecto de la composición dichas lechadas en las fases cristalinas de los refractarios obtenidos.

3.3.2 Obtención del Refractario A y Refractario B Posteriormente, en la segunda etapa las lechadas con las dos distintas relaciones de arena sílice y cal viva, mencionadas en el inciso anterior se sinterizaron parcialmente (sin atmósfera controlada) a 1200 °C, durante tres horas, luego de aumentar la temperatura a una velocidad de 2 °C/min (véase la figura 4), con el propósito de producir las especies de $\text{Ca}_x\text{SiO}_{x+2}$ (silicatos de calcio), en los refractarios A y B. [15]

Figura 4 .Sinterización parcial de las mezclas 80/20 y 75/25 de arena sílice y cal viva.



Fuente: Patrizio Sbornicia, Advances in jewellery microcasting, modificada por los autores.

3.4 PREPARACIÓN DEL MATERIAL REFRACTARIO PARA MICROFUNDICIÓN

3.4.1 Molienda y clasificación de Refractario A y Refractario B Los materiales refractarios producto de la segunda etapa, resultaron ser sólidos medianamente duros y resistentes respecto a los revestimientos tradicionales de microfundición; por consiguiente los refractarios A y B se sometieron a procesos de molienda y clasificación, en molino de bolas marca WINSMITH modelo 31/2B y malla # 200 de la serie Tyler, para obtener una granulometría fina (malla -200) adecuada para el proceso de microfundición. [10]

3.5 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL REFRACTARIO

3.5.1 Caracterización morfológica y cristalográfica Luego de obtener los refractarios A y B a partir de la sinterización parcial y conferirles una granulometría fina (malla -200), se dispuso a caracterizarlos mediante las técnicas SEM/EDS y difracción de Rayos X a fin de conocer sus morfologías, análisis elemental y distribución de fases de los mismos.

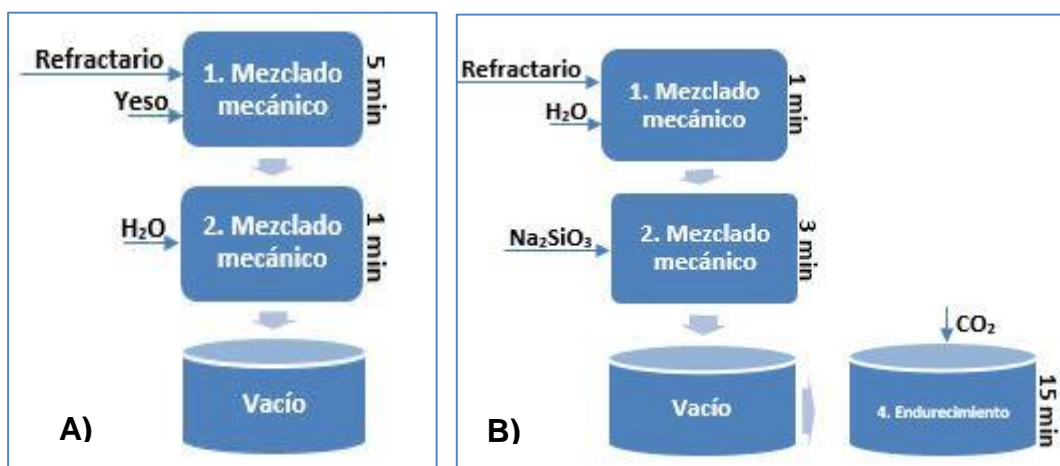
3.5.2 Distribución granulométrica Un material refractario de microfundición con finura del orden de 200 a 325 mallas provee una superficie lisa que reproduce los detalles del modelo de cera, dando excelente acabado superficial a piezas fundidas [10]. Para estimar un tamaño promedio de las partículas de los refractarios A y B, se realizaron análisis granulométricos como el descrito en el numeral 3.3.2.

3.6 DESARROLLO DE REVESTIMIENTOS REFRACTARIOS

3.6.1 Determinación de las proporciones en peso de los refractarios A y B con los aglomerantes y relación Agua – Polvo Para determinar especificaciones de fabricación de revestimientos con los refractarios A y B y los dos aglomerantes, se experimentó con la proporción refractario – aglomerante y relación agua – polvo para obtener mezclas con viscosidades similares a la del revestimiento comercial y que fraguaran dentro de los valores de referencia (anexo J), establecidos por pruebas con el revestimiento tradicional y trabajo de laboratorio para realizar de manera práctica el proceso de microfundición.

3.6.2 Procedimientos generales para la fabricación de los revestimientos La figura 5 muestra los procedimientos generales usados para elaborar los revestimientos de microfundición con cada tipo aglomerante.

Figura 5. Procedimientos generales de elaboración de los revestimientos.
A) Yeso B) Silicato de sodio



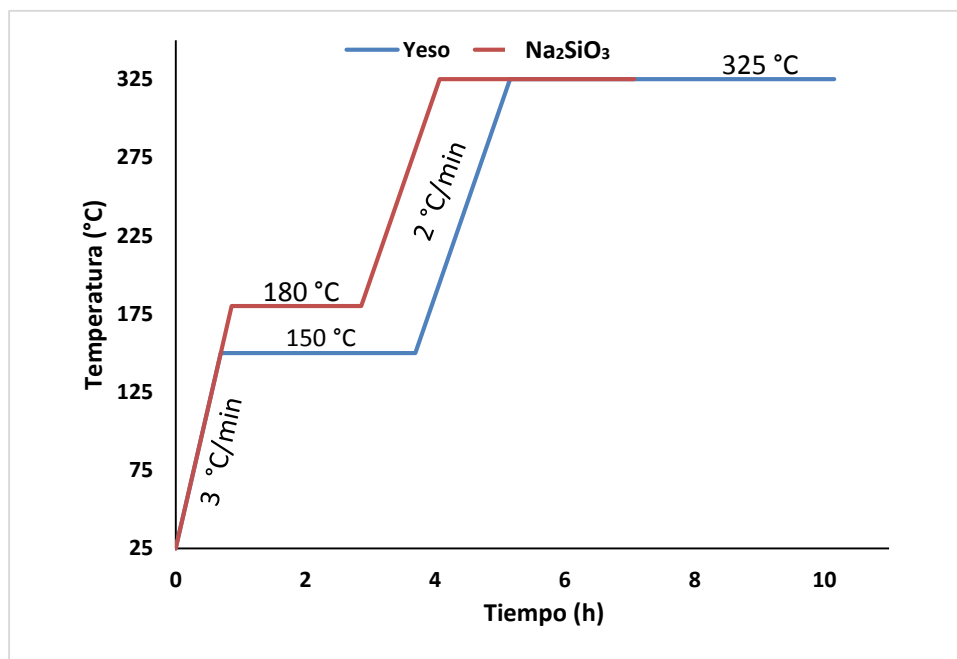
Las etapas de mezclado mecánico con agua y/o silicato de sodio, se efectuaron con la mezcladora de pedestal MIXMASTER marca OSTER a 657 rpm, el mezclado de

polvos de refractario y yeso en mezclador rotario marca SINTOKOGIO modelo 75047 a 60 rpm y vacío mediante la máquina de vacío LAMICOL.

3.6.3 Análisis térmicos de las mezclas refractarias La estabilidad térmica de las mezclas de los refractarios A y B con los dos agentes aglomerantes, se analizó por medio de colorimetría diferencial de barrido (DSC) y termogravimetría (TG), en un rango de temperatura entre 25 y 1300 °C con el equipo analizador marca SETSYS EVOLUTIO 16/18 de la empresa SETARAM INSTRUMENTATION; con el fin de establecer los tratamientos térmicos que le confieren a las mezclas las propiedades de un revestimiento de microfundición [15].

3.6.4 Tratamientos térmicos de las mezclas refractarias Los tratamientos térmicos de cada revestimiento fueron diseñados conforme a los resultados de los análisis TG y DSC anteriores, para cada tipo de aglomerante y teniendo en cuenta las restricciones que implica usar esmeraldas pre-engastadas (temperatura inferior a 325 °C [9]). La figura 6 ilustra dichos tratamientos realizados con el horno programable marca VULCAN 3-550.

Figura 6. Tratamientos térmicos de los revestimientos refractarios para cada tipo de aglomerante



3.7 CARACTERIZACIÓN DE REVESTIMIENTOS

3.7.1 Tiempo de trabajo y tiempo de fraguado El tiempo de trabajo fue medido por un método empírico de joyería que consiste en hacer pasar una cierta cantidad de mezcla de un recipiente a otro (de las mismas dimensiones), cada 15 segundos, estableciendo el tiempo, cuando la mezcla se opone a fluir sobre la pared interna de dicho recipiente; esto estimará el periodo de tiempo que ofrece la mezcla para ser manipulada durante el proceso de microfundición. Por otra parte, el tiempo de fraguado se verificó mediante el Test Vicat, regido por la norma ASTM C 472-99.

3.7.2 Caracterización propiedades físico-mecánicas La caracterización de las propiedades físico-mecánicas de los revestimientos se realizó mediante la prueba de resistencia a la compresión con la máquina universal de ensayos marca SHIMADZU modelo AG-X plus acorde a la norma NTC 682. La permeabilidad se midió respecto a la norma AFS [17] con permeámetro eléctrico de lectura directa marca HARRY W. DIETERT CO 338 equipado con dispositivo de mercurio y por último, a los revestimientos se les practicó pruebas de resistencia a la compresión después del choque térmico a 700°C (norma NTC 1432) para medir el efecto de los ciclos térmicos en la resistencia a la compresión de los mismos. Todas las pruebas se hicieron por triplicado.

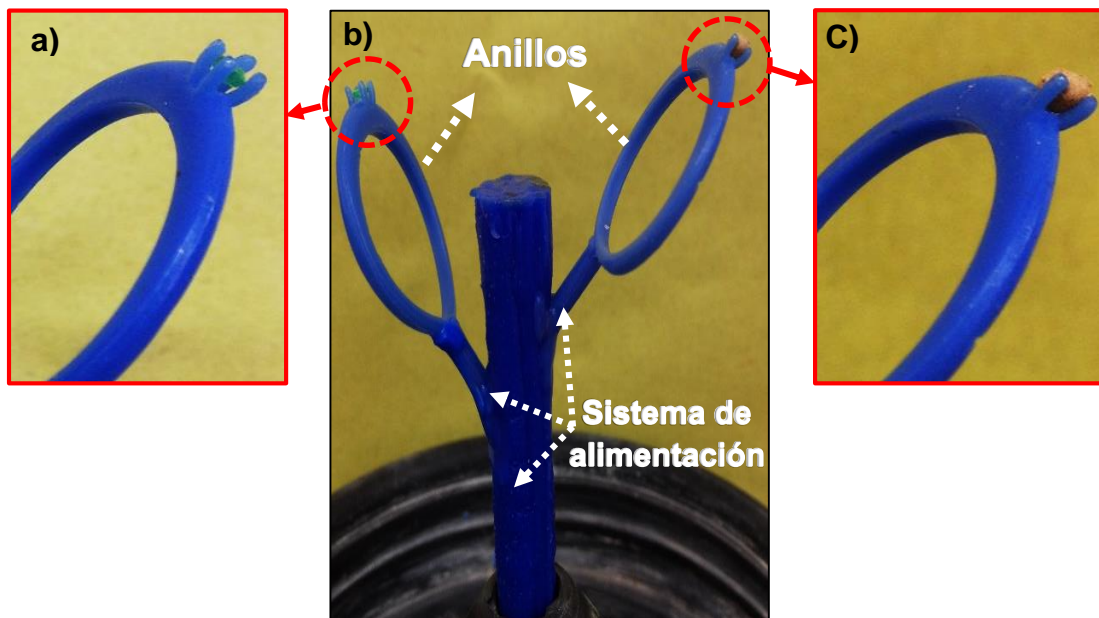
3.8 PROCESO DE MICROFUNDICIÓN

3.8.1 Microfundición preliminar A fin de evaluar el comportamiento al descerado, sinterización y colada de los revestimientos (refractario – yeso) con propiedades similares a las de la mezcla comercial, se llevó a cabo una microfundición preliminar con un árbol de cera compuesto de dos anillos sin pre-engaste de esmeraldas. A

demás de ello, se analizó el llenado del molde y acabo superficial de las piezas coladas.

3.8.2 Microfundición a la cera perdida con el pre-engaste de esmeraldas colombianas Para producir los prototipos de joyería pre-engastados con esmeraldas colombianas, la aleación Zamak se coló a una temperatura entre 570°C y 650 °C en revestimientos fabricados con 71% de refractario, 29% de yeso y 50 mL de agua por cada 100 gramos de polvo. El modelo en cera (árbol de anillos) usado consistió en un sistema de alimentación y dos anillos con esmeraldas pre-engastadas, una esmeralda contaba con un unto refractario desarrollado por [9] (véase la figura 7). En esta etapa se evaluó al mismo tiempo la aplicación de los revestimientos refractarios en el proceso de microfundición a la cera perdida con engaste no convencional de esmeraldas y la capacidad del unto para proteger dicha gema. En requerimiento de lo anterior, la microfundición se realizó con el método de colada por gravedad en horno eléctrico de resistencia y de colada al vacío marca NEUTEC/USA modelo J-2R series 4, ubicado en el Laboratorio de Microfundición de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica.

Figura 7. Modelo en cera y pre-engaste de esmeraldas colombianas. a) Esmeralda sin recubrir b) Modelo de cera c) Esmeralda recubierta



3.8.3 Análisis de los prototipos colados y esmeraldas pre-engastadas A los anillos pre-engastados obtenidos en la etapa anterior, se les evaluó cualitativa y cuantitativamente el acabado superficial, por medio del microscopio Hirox. El copiado de detalles e identificación de defectos de fundición se hizo por inspección visual y registro fotográfico. El análisis cualitativo de las esmeraldas pre-engastadas también se elaboró con microscopio Hirox con el objetivo de evaluar la influencia de la temperatura de la aleación colada (570°C – 650°C) a las propiedades de las mismas.

4 RESULTADOS Y ANÁLISIS

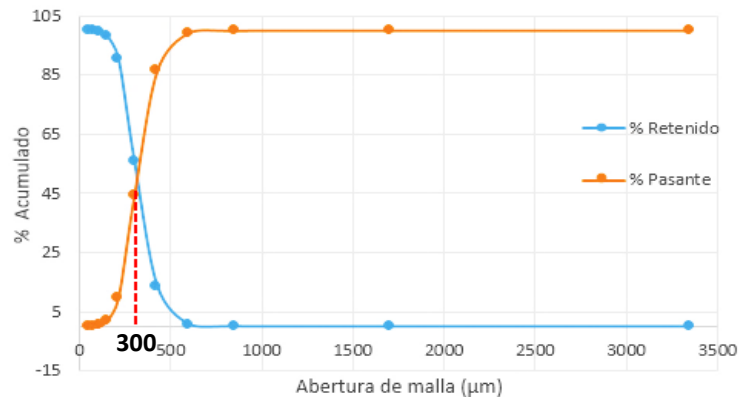
4.1 CARACTERIZACIÓN DE MATERIAS PRIMAS

4.1.1 Caracterización arena sílice

4.1.1.1 Composición química y cristalográfica. La arena sílice usada en esta investigación fue de origen natural, por lo tanto, determinar su composición mineralógica fue primordial para poder ser utilizada como materia prima en la obtención del material refractario. De acuerdo a los resultados de los análisis cuantitativos y cualitativos de fluorescencia y difracción de Rayos X (anexo 1), el compuesto predominante es óxido de silicio (SiO_2) cuya concentración es de 99,54% y se encuentra en dos de sus formas polimórficas; cuarzo y cristobalita del cual 93,7% tiene forma de cuarzo. La concentración de SiO_2 y el cuarzo presente, comprobaron que es una arena sílice de considerable pureza [16]; apropiada para microfundición.

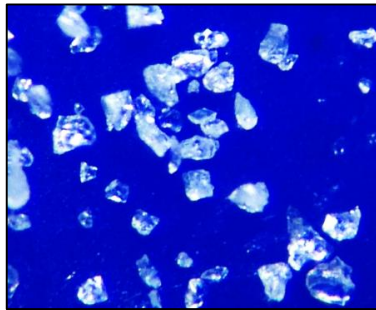
4.1.1.2 Análisis granulométrico. El análisis granulométrico llevado a cabo inicialmente a la arena natural mostró que se trataba de una arena de mediana finura (índice de finura de 45,69) con un diámetro promedio de partícula aproximadamente de 300 μm (figura 8).

Figura 8. Distribución granulométrica arena sílice natural



4.1.1.3 Forma de grano. La disminución de tamaño de los granos de la arena sílice se realizó por fractura de los mismos obteniéndose una forma de grano angular luego de la molienda. Véase la figura 9.

Figura 9. Arena sílice de grano angular



4.1.2 Caracterización cal viva

4.1.2.1 Composición química y cristalográfica. En relación con el resultado de la técnica de FRX, la cal viva se compuso principalmente de óxido de calcio (CaO 67,64%) en asocio con pequeñas cantidades de otros óxidos, entre estos SiO₂, MgO, Fe₂O₃ y Al₂O₃. A su vez el análisis de DRX reveló que la muestra posee cristalinidad en las formas de portlandita (58,2%, Ca(OH)₂) debido a la hidratación del CaO, Calcita (13,6%, CaCO₃) a causa de la roca sin reaccionar y cuarzo (0,7%) como mineral asociado. El difractograma del análisis (anexo B) carece de las reflexiones de CaO debido a su estado amorfo. El porcentaje de CaO en la muestra resultó conveniente para interactuar con la sílice y producir las especies Ca_xSiO_{x+2}.

4.1.3 Caracterización yeso El yeso usado como agente aglomerante, proveniente de la empresa Yesos Especializados de México S.A de C.V. Se describe en su ficha de datos técnicos (anexo C) como yeso ortopédico tipo alfa de familia química sulfato de calcio hemihidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$). Los resultados de fluorescencia y difracción de Rayos X (anexo D) confirmaron esta especificación, puesto que los elementos que componen principalmente a la muestra son el calcio y azufre 28,75% y 20,27% respectivamente, por otra parte el difractograma del yeso ortopédico se ajusta considerablemente al patrón de la basanita ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$), con un pico medianamente intenso de anhidrita (CaSO_4) a un ángulo de reflexión $2\theta \approx 26^\circ$, concluyéndose que esta es la fase cristalina que compone principalmente al yeso.

4.1.4 Caracterización silicato de sodio En la tabla 1 muestran las principales características que definieron el comportamiento del silicato de sodio como aglomerante, la viscosidad relativamente baja aportó a las mezclas refractarias fluidez para reproducir los detalles del modelo en cera, mientras que el módulo de 3,04 estuvo comprendido en el rango de silicatos para el proceso $\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{CO}_2$. [5]

Tabla 1 .Principales propiedades del silicato de sodio

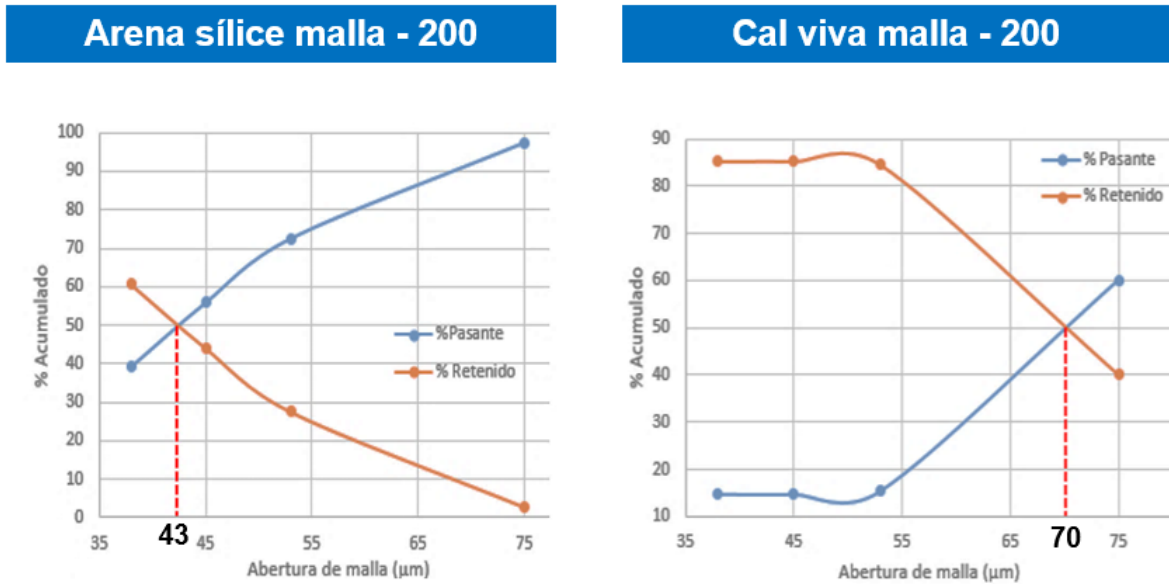
Densidad	Viscosidad	%SiO ₂	%Na ₂ O	Módulo	pH
1,42 g/ml	63,45 cP	30,1902	9,9301	3,04	12,303

4.2 PREPARACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS

4.2.1 Distribución granulométrica de la arena sílice y cal viva tratadas Posterior a la molienda y clasificación (malla -200), la arena tratada obtuvo un diámetro promedio de partícula aproximadamente de 43 μm y elevada cantidad de finos como se puede apreciar en su respectivo análisis (figura 10). Al mismo tiempo, la cal viva

de la malla -200 mostró que la materia prima tiene un diámetro promedio de partícula de 70 μm (figura 10). El tamaño y distribución de las partículas de la sílice tratada y cal viva indicaron que los granos poseen gran área superficial, lo cual es favorable para la reacción de los polvos en la sinterización parcial.

Figura 10. Distribución granulométrica de la arena sílice y cal viva molidas y clasificadas.

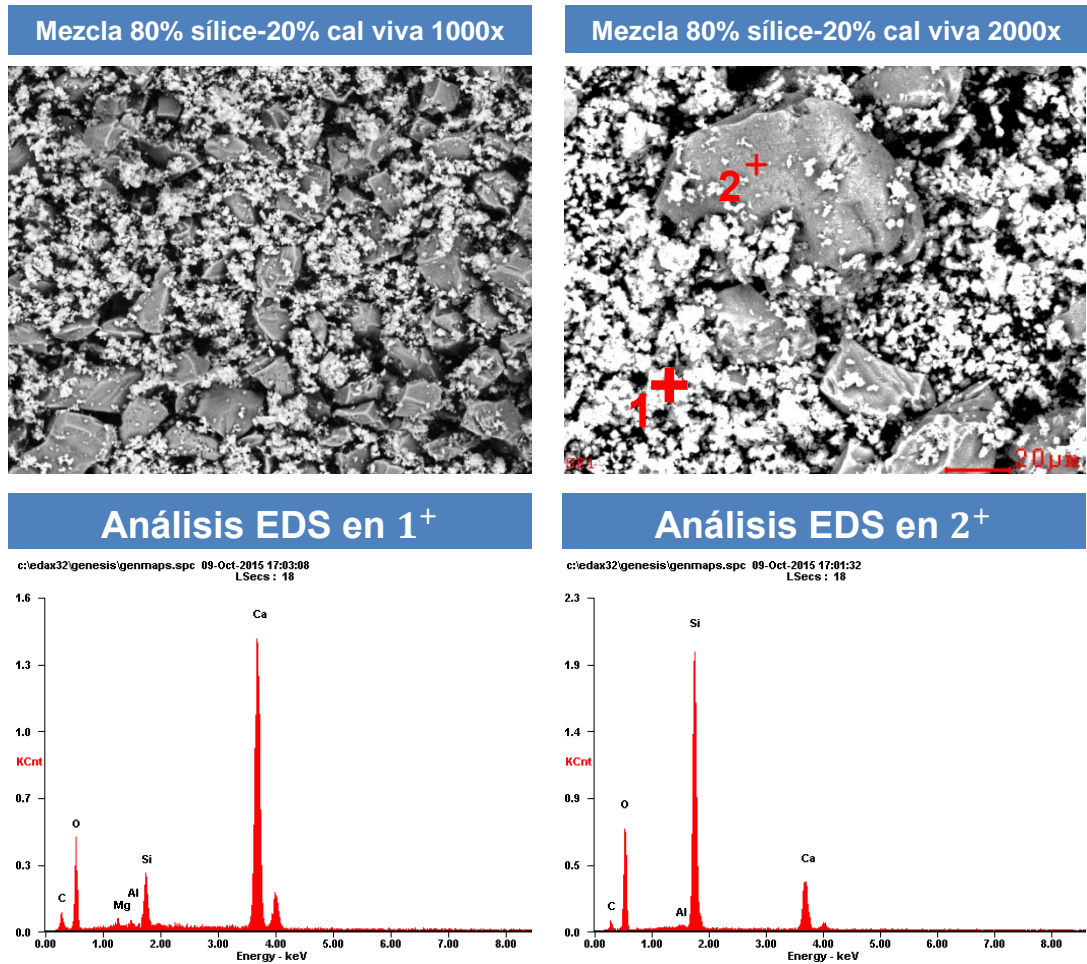


4.3 OBTENCIÓN DEL REFRACTARIO

4.3.1 Elaboración de mezclas Sílice - Cal viva La primera etapa para obtener el material refractario fue la elaboración de lechadas con sílice, cal viva y agua destilada. La adición de agua a la mezcla de polvos SiO_2 - CaO conduce a la transformación del CaO en Ca(OH)_2 incrustando a los granos de sílice en una red de cristales de este último. Los resultados de SEM/EDS en la figura 11 de una mezcla 80% sílice y 20% cal viva, muestran unos cristales muy finos que interconectan a partículas de mayor tamaño y forma definida. Los análisis elementales demostraron que los granos rodeados corresponden a la arena sílice,

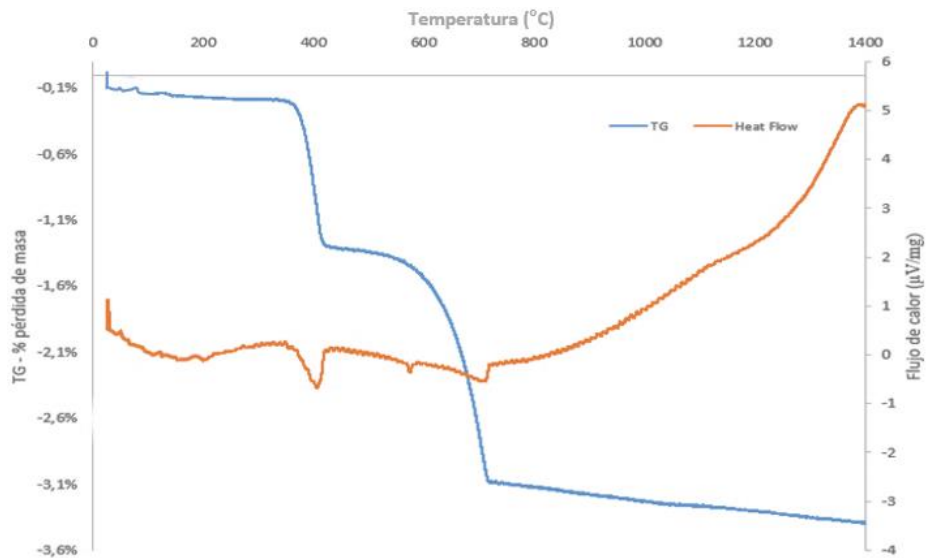
debido a la presencia de silicio y oxígeno, así mismo, la red consiste en cristales de portlandita ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) de acuerdo al contenido de calcio y oxígeno. La observación de SEM y análisis de EDS para la mezcla con proporción 75%-25% sílice-cal viva no revelaron ninguna diferencia.

Figura 11. Análisis SEM/EDS lechada 80% sílice- 20% cal y 43 mL H_2O destilada por cada 100 g de polvo.



4.3.2 Sinterización parcial Durante la etapa de sinterización parcial la portlandita $\text{Ca}(\text{OH})_2$ se transforma a CaO (cal viva) y reacciona con la superficie de las partículas de cuarzo formando silicatos de calcio ($\text{Ca}_x\text{SiO}_{x+2}$). El análisis térmico realizado a una mezcla de 80% sílice y 20% cal viva (figura 12) muestra lo que ocurre durante el tratamiento de la figura 4.

Figura 12. Curva termogravimétrica y de flujo de calor (DSC) de la mezcla de arena sílice y cal viva

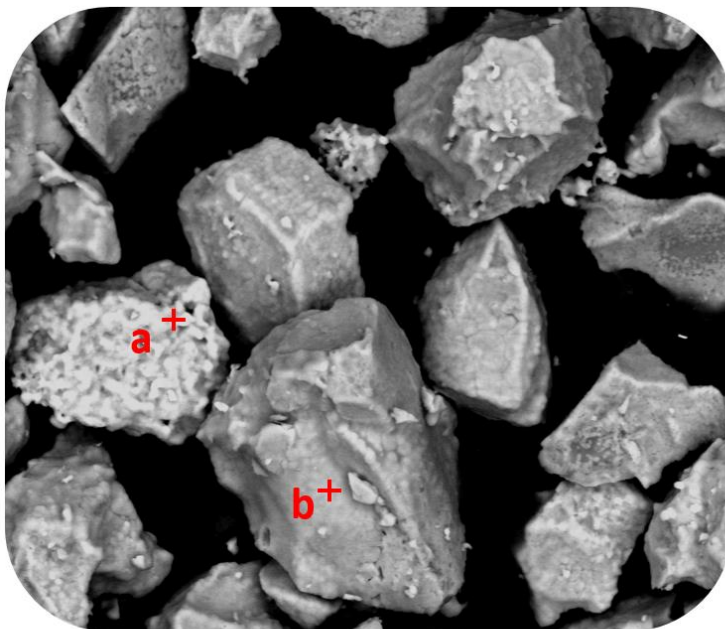


El primer pico endotérmico cerca de los 404 °C indica la pérdida de agua a alta temperatura con disminución de la masa alrededor del 1%. La inversión del cuarzo se manifiesta en el pico endotérmico débil aproximadamente a 573°C, por último la pérdida de masa alrededor de 1,67% es la producción del gas CO₂ producto de la calcinación de los rastros de caliza CaCO₃ presente en la cal viva, este proceso endotérmico aparece en torno a los 709 °C. La estabilidad térmica se alcanza superado los 800°C teniendo en cuenta que las curvas termogravimétrica y DSC no registran cambios de masa importante, ni picos exotérmicos o endotérmicos. El análisis térmico correspondiente a la mezcla con 75% sílice y 25% cal viva no presentó diferencias considerables.

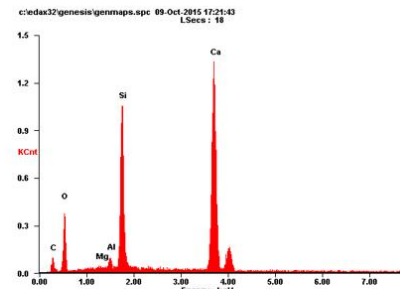
4.4 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL REFRACTARIO

4.4.1 Caracterización morfológica y cristalográfica La microestructura del material refractario A sinterizado es mostrada en la micrografía obtenida por SEM de la figura 13. Los cristales que solían ser de portlandita y rodeaban los granos de sílice, ahora los recubren y se encuentran parcialmente soldados a su superficie. Los granos continúan presentando silicio y oxígeno, pero los análisis elementales de EDS detectan con mayor intensidad la presencia de calcio (véase la figura 13) asociado a las especies de silicatos de calcio generadas por la sinterización parcial.

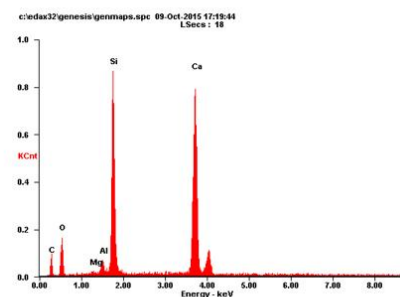
Figura 13. Análisis de SEM/EDS del material refractario B 80% sílice y 20% cal viva.



Refractario B 2000x



Análisis EDS en a^+



Análisis EDS en b^+

Se denominó refractario A, al material obtenido por la relación en peso de 80/20 de arena sílice y cal viva y refractario B al de relación 75/25. Los resultados de difracción de Rayos X de los materiales A y B (véanse las tablas 2 y 3), manifestaron además de las mismas fases cristalina, la obtención de las especies Ca_xSiO_{x+2} en ambos, siendo mayor en el refractario B, puesto que la Pseudowollastonita

($\text{Ca}_3(\text{SiO}_3)_3$) y Wollastonita (CaSiO_3) componen aproximadamente el 25% del material cristalino de este. En definitiva los refractarios A y B fueron principalmente una mezcla de sílice en dos de sus formas cristalinas (cuarzo y cristobalita) con distintos porcentajes de precipitación de especies de silicato de calcio.

Tabla 2. Resultados de difracción de Rayos X para el refractario A (80% sílice – 20% Cal viva)

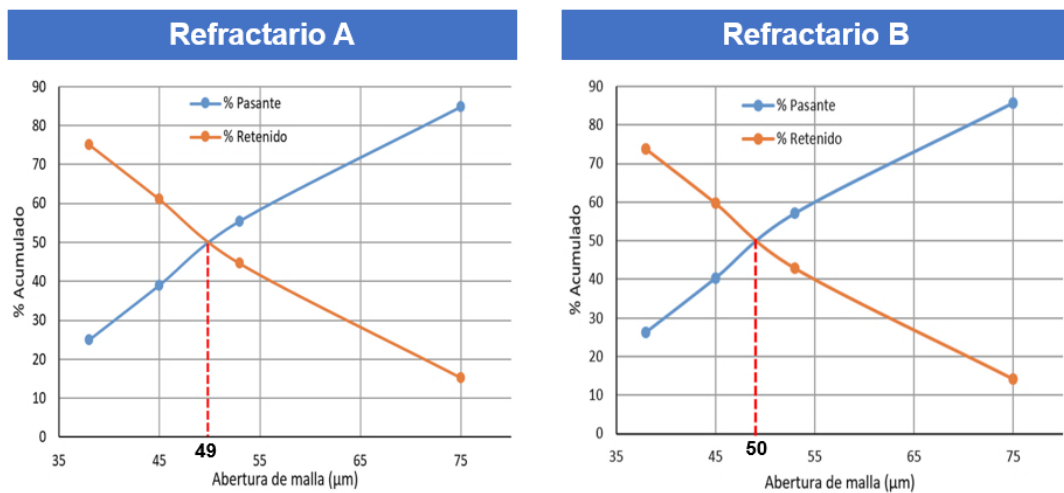
	Fase	Nombre	Cuantitativo
Cristalino	SiO_2	Cuarzo	45,6%
	$\text{Ca}_3(\text{SiO}_3)_3$	Pseudowollastonita	10,4%
	SiO_2	Cristobalita	5,2%
	CaSiO_3	Wollastonita	10,2%
	SiO_2	Cuarzo alfa	N.C
	Fe_2O_3	Hematita	N.C
	$\text{Ca}_{1.01}\text{Mg}_{0.45}\text{Fe}_{0.54}(\text{CO}_3)_2$	Ankerita	0,2%
Total cristalino			71,6%
Amorfos y otros			28,4%

Tabla 3. Resultados de difracción de Rayos X para el refractario B (75% sílice – 25% Cal viva)

	Fase	Nombre	Cuantitativo
Cristalino	SiO_2	Cuarzo	38,8%
	$\text{Ca}_3(\text{SiO}_3)_3$	Pseudowollastonita	17,3%
	SiO_2	Cristobalita	7,5%
	CaSiO_3	Wollastonita	7,5%
	SiO_2	Cuarzo alfa	N.C
	Fe_2O_3	Hematita	N.C
	$\text{Ca}_{1.01}\text{Mg}_{0.45}\text{Fe}_{0.54}(\text{CO}_3)_2$	Ankerita	0,2%
Total cristalino			71,3%
Amorfos y otros			28,7%

4.4.2 Distribución granulométrica de los refractarios A y B Los análisis granulométricos realizados a los refractarios A y B (véase la figura 14) revelaron que el tamaño promedio de las partículas fue de 49 y 50 μm , respectivamente. Los tamaños resultaron ser estrechamente similares en ambos refractarios y las distribuciones granulométricas con elevada cantidad de finos, resultaron ser adecuadas para usarlos como componente de revestimientos de microfundición [10], puesto que, reproducirán los detalles y darán buen acabado superficial a las piezas fundidas.

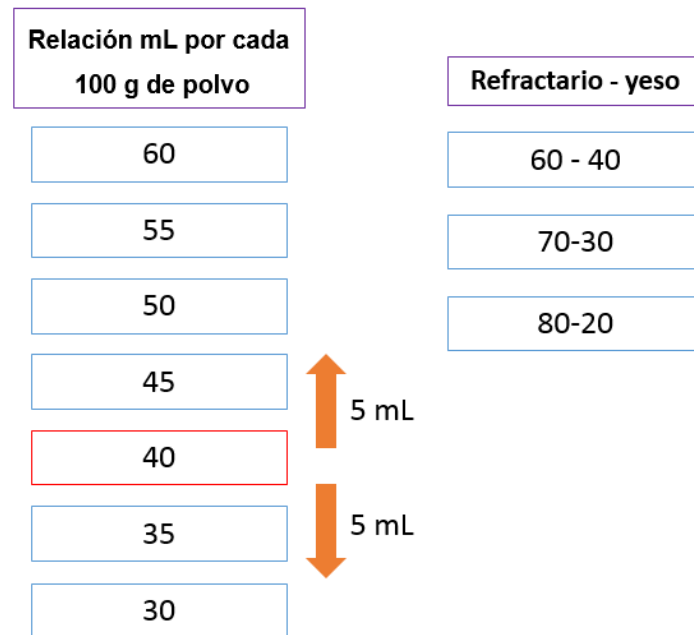
Figura 14. Distribución granulométrica.



4.4.3 Desarrollo del revestimiento refractario

4.4.3.1 Experimentación con las proporciones en peso de los refractarios A y B con yeso y relación agua – polvo. Teniendo en cuenta que el revestimiento comercial fabricado con 75% sílice, 25% yeso y 40 mL de agua destilada por cada 100 g posee tiempos de trabajo y fraguado de 9,5 y 18 minutos respectivamente. Se procedió a experimentar (conforme al esquema de la figura 15) con el yeso, los materiales refractarios (A y B) y agua destilada, para hallar mezclas que fueran fluidas (lechadas) y se relacionaran con los tiempos de referencia.

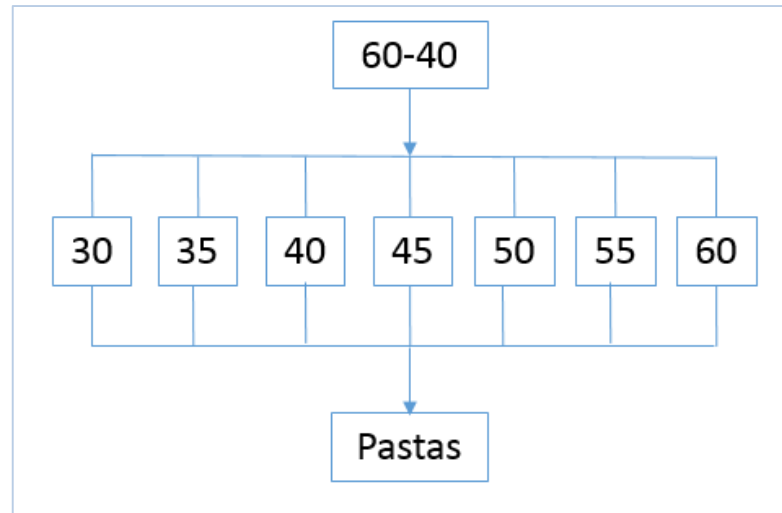
Figura 15. Esquema del procedimiento experimental en mezclas refractario - yeso



En general, se experimentó con cuatro relaciones agua/polvo por encima y dos por debajo de los 40 mL, a una razón de 5 unidades y con las proporciones refractario – yeso: 60-40, 70-30 y 80-20.

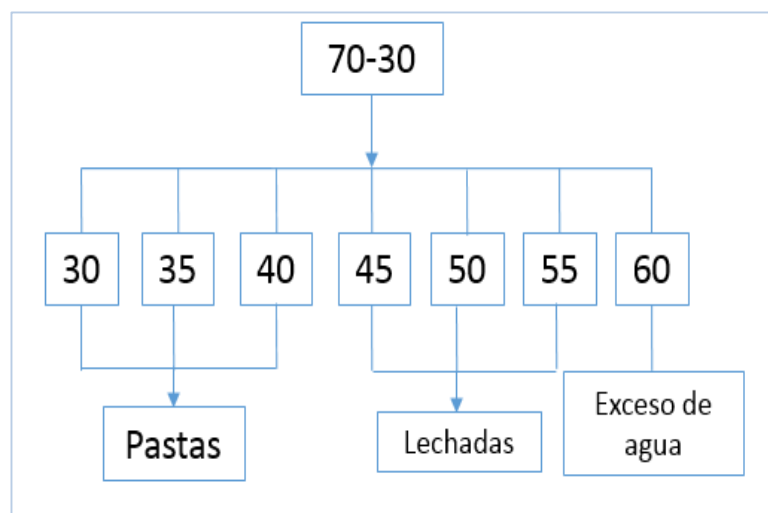
El primer resultado al llevar a cabo dicha experimentación fue que las mezclas de proporción 60-40 elaboradas con todas las relaciones de agua/polvo, fueron pastas que claramente no contaron con fluidez, por lo tanto se descartaron todas estas combinaciones. Véase la figura 16.

Figura 16. Resultado de elaborar mezclas de proporción 60% refractario – 40% yeso con las relaciones de agua/polvo comprendidas entre 30 y 60 mL por cada 100 g de polvo.



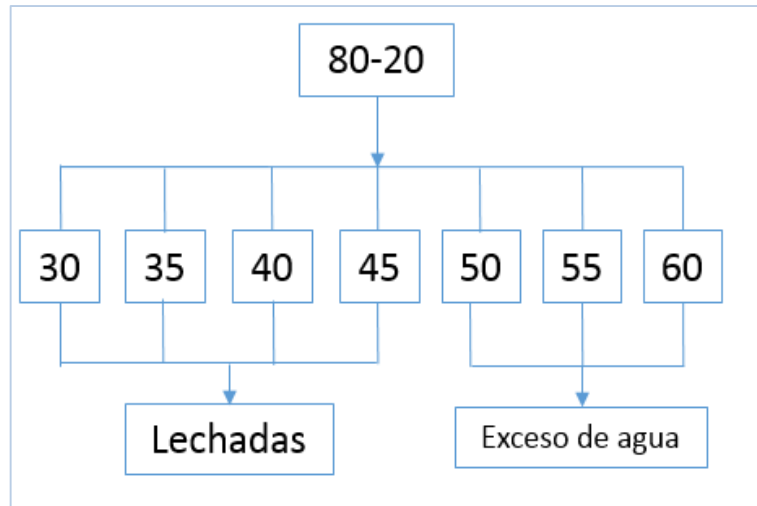
Por otra parte, como se puede apreciar en la figura 17, las mezclas 70-30 con las relaciones de 45, 50 y 55 mL por cada 100 g de polvo, mostraron ser lechadas con fácil fluidez (sin exceso de agua), escogiéndose éstas para realizar posteriores pruebas.

Figura 17. Resultado de elaborar mezclas de proporción 70% refractario – 30% yeso con las relaciones de agua/polvo comprendidas entre 30 y 60 mL por cada 100 g de polvo.



Finalmente, ninguna de las mezclas de proporción 80-20 con todas las relaciones de agua polvo resultó ser una pasta, teniéndose solamente lechadas carentes de exceso de agua para las relaciones que iban desde los 30 a 45 mL con cada 100g.

Figura 18. Resultado de elaborar mezclas de proporción 80% refractario - 20% yeso con las relaciones de agua/polvo comprendidas entre 30 y 60 mL por cada 100 g de polvo.



4.4.3.1.1 Determinación de las proporciones en peso de los refractarios A y B con yeso y relación agua – polvo. Continuando, se les realizó pruebas preliminares de tiempos de fraguado y trabajo a las lechadas para las proporciones 70-30 y 80-20, en donde se encontró que todas las combinaciones con ésta última proporción no fraguaron, en contraste a los resultados de la proporción 70-30 con las relaciones de 45, 50 y 55 mL de agua destilada por cada 100 g de polvo, que fraguaron en tiempos promedio de 10 y 16 minutos respectivamente, además ésta última contó con la fluidez más similar a la del revestimiento comercial.

Con base en esto, se hizo un nuevo procedimiento experimental que consistió en variar la proporción de yeso en un intervalo de 25 a 37% a un paso de 2 unidades,

manteniendo constante la relación de agua en 50 mL por cada 100 g de polvo (véase la figura 19), para estimar el efecto del contenido de yeso en la fluidez y tiempos de trabajo y fraguado en las mezclas.

Figura 19. Procedimiento experimental teniendo en cuenta el porcentaje de yeso

	% Refractario	% Yeso
Relación mL:g 50:100	63	37
	65	35
	67	33
	69	31
	71	29
	73	27
	75	25

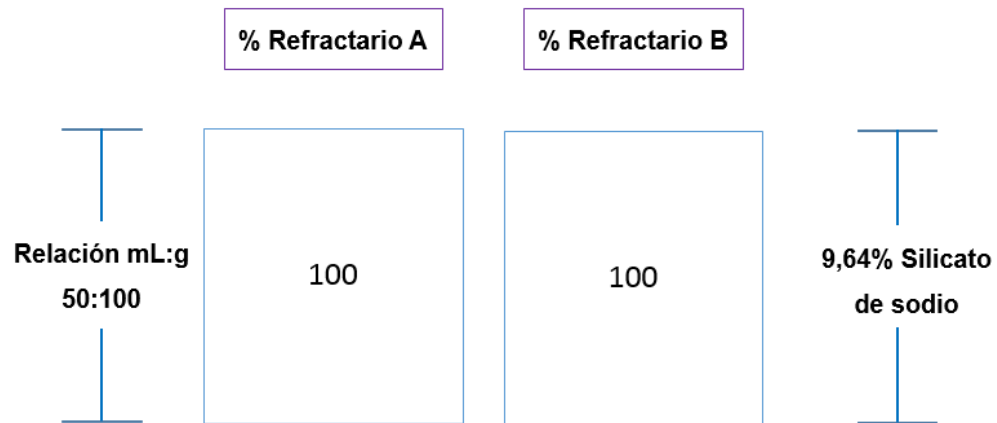
2%

El procedimiento anterior, otorgó 7 resultados preliminares de fluidez, tiempos de trabajo y fraguado (anexo J) que se relacionaron a los valores de referencia. Sin embargo, la relación de 50 mL por cada 100 g de polvo formó pastas para las relaciones 73-27 y 75-25.

En conclusión, las mezclas que mejor se relacionaron con los valores de referencia fueron las realizadas con una cantidad de yeso comprendida entre 29% y 37%, manteniendo constante la relación de agua en 50 mL por cada 100 g de polvo.

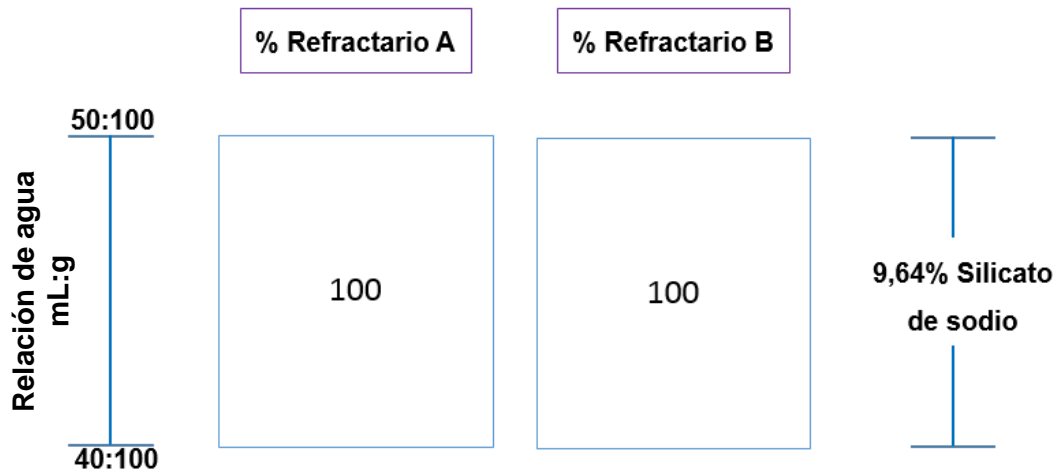
4.4.3.2 Experimentación con las proporciones en peso de los refractarios A y B con silicato de sodio y relación agua-polvo. Para experimentar en esta etapa con el silicato de sodio, inicialmente se elaboraron mezclas con los refractarios A y B y un porcentaje constante de 9,64% (respecto a la cantidad de refractario) [7] usado para la fabricación de machos de fundición, adicionado 50 mL de agua destilada por cada 100 g de polvo que fue la de mejores resultados para formar lechadas en la etapa anterior. Véase la figura 20.

Figura 20 Esquema del procedimiento experimental en mezclas refractario – silicato de sodio.



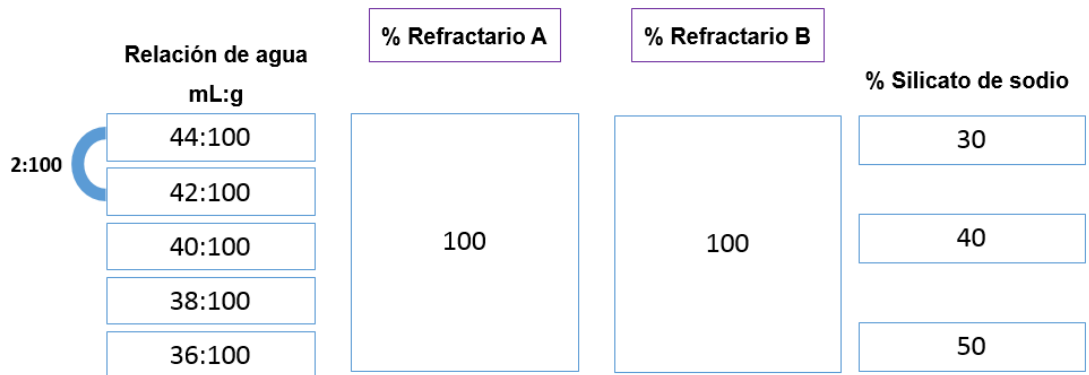
El resultado de este procedimiento fueron mezclas con elevado exceso de agua que son inadecuadas para microfundición. Por lo tanto, se decidió a disminuir la cantidad de agua desde 50 a 40 mL por cada 100 g de polvo y manteniendo el porcentaje de aglomerante como se muestra en la figura 21.

Figura 21. Esquema del procedimiento experimental en mezclas refractario – silicato de sodio variando la cantidad de agua destilada.



Los resultados con esta nueva manera de llevar a cabo las mezclas arrojaron que solo las muestras con la relación 40:100 mL:g tenían características de lechada, pero con una pruebas de tiempo de fraguado preliminares simultáneas no fraguaron hasta las 14 horas. Luego de analizar que este porcentaje de 9,64 de silicato de sodio es usado para arenas con granulometría gruesa (mallas 50 generalmente) [1] y que la incorporación de este aumenta para granulometrías más finas como es el caso de los materiales refractarios A y B que son pasante de la malla 200. De acuerdo con esto, se procedió aumentar el contenido de silicato de sodio en 30, 40 y 50% y variar la relación de agua dos valores por encima y por debajo de los 40mL por cada 100 g de polvo a una razón de 2 unidades, como se resume en el procedimiento de la figura 22.

Figura 22. Esquema del procedimiento experimental en mezclas refractario – silicato de sodio variando la cantidad de agua destilada y agente aglomerante.



Después concluir esta etapa con la relación de agua 36:100, para los dos refractarios y porcentajes de silicato de sodio se formó una pasta, eliminándose por esta razón.

4.4.3.2.1 Determinación de las proporciones en peso de los refractarios A y B con silicato de sodio y relación agua – polvo. Al llevarse a cabo las pruebas preliminares para las mezclas resultantes de la experimentación anterior, con los porcentajes de 30 y 40% de silicato de sodio se presentaron en promedio tiempos de fraguado superiores a las 3,5 horas para ambos casos (véase la figura 23), lo cual resultó inadecuado para llevar a cabo de manera práctica el proceso de microfundición, por el contrario para todas las mezclas con el 50% que fraguaron en un tiempo máximo conveniente de 2,5 horas. (Véase la figura 24).

Figura 23. Pruebas preliminares de tiempo de fraguado con 30 y 40% de silicato de sodio

	30% NazSiO ₃			40% NazSiO ₃		
	Relación mL:g	% NazSiO ₃	Tiempo de fraguado (h)	Relación mL:g	% NazSiO ₃	Tiempo de fraguado (h)
Refractario A	44:100	+	30	→	6	
	42:100	+	30	→	5,6	
	40:100	+	30	→	4,7	
	38:100	+	30	→	4	
Refractario B	44:100	+	30	→	5,7	
	42:100	+	30	→	5,3	
	40:100	+	30	→	5	
	38:100	+	30	→	4,3	
Refractario B	44:100	+	40	→	5,1	
	42:100	+	40	→	4,4	
	40:100	+	40	→	4	
	38:100	+	40	→	3,6	
Refractario A	44:100	+	40	→	4,9	
	42:100	+	40	→	4,3	
	40:100	+	40	→	3,9	
	38:100	+	40	→	3,2	

Figura 24. Pruebas preliminares de tiempo de fraguado 50% de silicato de sodio

	50% NazSiO ₃				
	Relación mL:g	% NazSiO ₃	Tiempo de fraguado (h)		
Refractario B	44:100	+	50	→	2,4
	42:100	+	50	→	2,3
	40:100	+	50	→	1,8
	38:100	+	50	→	1,6
Refractario A	44:100	+	50	→	2,5
	42:100	+	50	→	2,4
	40:100	+	50	→	2,2
	38:100	+	50	→	1,8

Determinándose así, que las mezclas con los mejores resultados fueron en las que el material refractario se agregó en soluciones de agua y silicato de sodio con relaciones que variaron entre 38 – 44 mL y 19 – 22 mL por cada 100 gramos de polvo respectivamente.

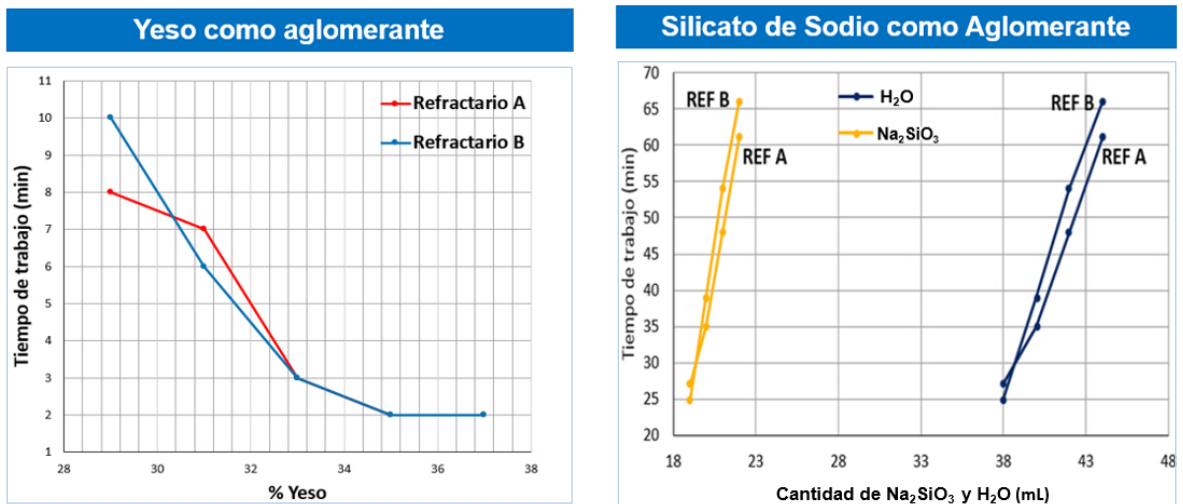
4.4.3.3 Medición del tiempo de trabajo y fraguado. Las mezclas que aparecen en la tabla 4 fueron empleadas en las pruebas de tiempo de trabajo y tiempo de fraguado de acuerdo a la técnica empírica y test Vicat del apartado 3.7.1.

Tabla 4. Mezclas refractario/aglomerante empleadas para las pruebas de tiempo de trabajo y tiempo de fraguado.

a) Yeso como aglomerante					
Proporción Refractario A/Yeso		Proporción Refractario B/Yeso		Proporción agua/polvo mL:g	
63/37		63/37		50:100	
65/35		65/35			
67/33		67/33			
69/31		69/31			
71/29		71/29			
b) Silicato de sodio como aglomerante					
Proporción Refractario A	Proporción agua/polvo mL:g	Proporción Na ₂ SiO ₃ /polvo mL:g	Proporción Refractario B	Proporción agua/polvo mL:g	Proporción Na ₂ SiO ₃ /polvo mL:g
100%	38:100	19:100	100%	38:100	19:100
	40:100	20:100		40:100	20:100
	42:100	21:100		42:100	21:100
	44:100	22:100		44:100	22:100

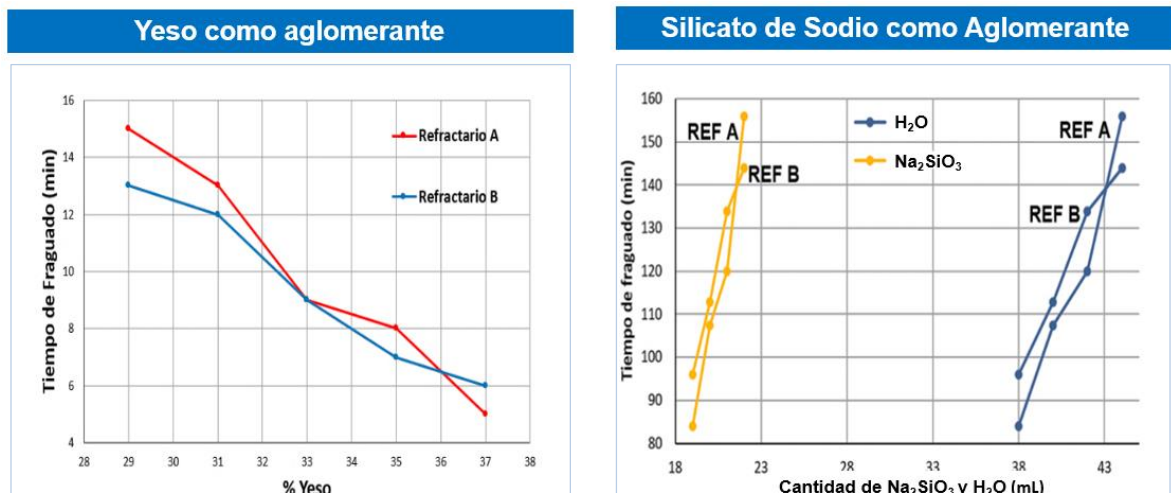
Los tiempos de trabajo y fraguado para cada refractario con su correspondiente aglomerante son mostrados en las figuras 25 y 26, de acuerdo con estas figuras, tanto el tiempo de trabajo como el tiempo de fraguado para las mezclas con yeso se redujeron al aumentar el porcentaje de este; puesto que al incrementar la presencia de yeso en una misma cantidad de agua crece la masa que entra en contacto con ella absorbiéndose más rápido, acelerándose así el endurecimiento.

Figura 25. Tiempo de trabajo.



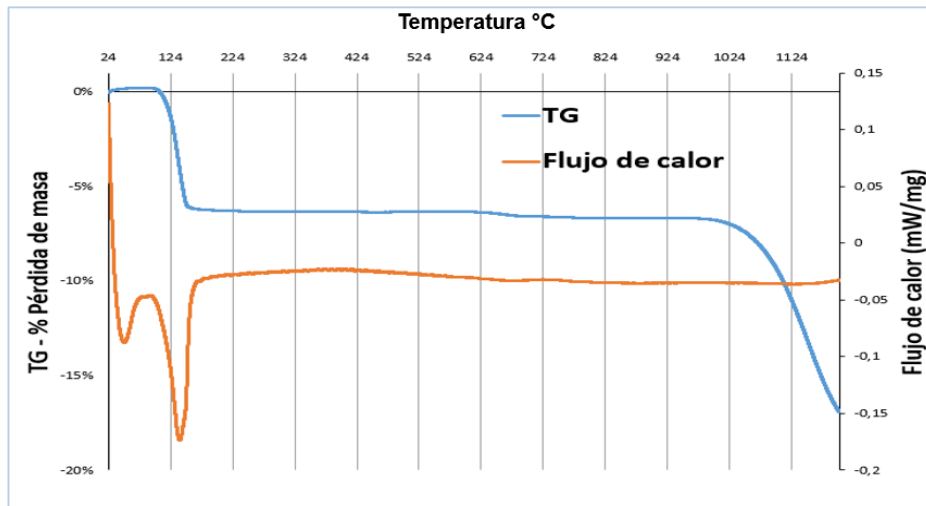
En referencia al caso con el silicato de sodio se pudo observar que con ligeros aumentos de cantidad de H_2O y este mismo, los tiempos de fraguado y trabajo se elevan sustancialmente como efecto de que el agua en exceso retrasa la formación del gel de sílice. El fraguado mencionado para las mezclas con silicato de sodio hace alusión a una resistencia intermedia adquirida que permitió su manipulación en verde, su endurecimiento total se hizo en una atmósfera rica en CO_2 .

Figura 26. Tiempo de fraguado.



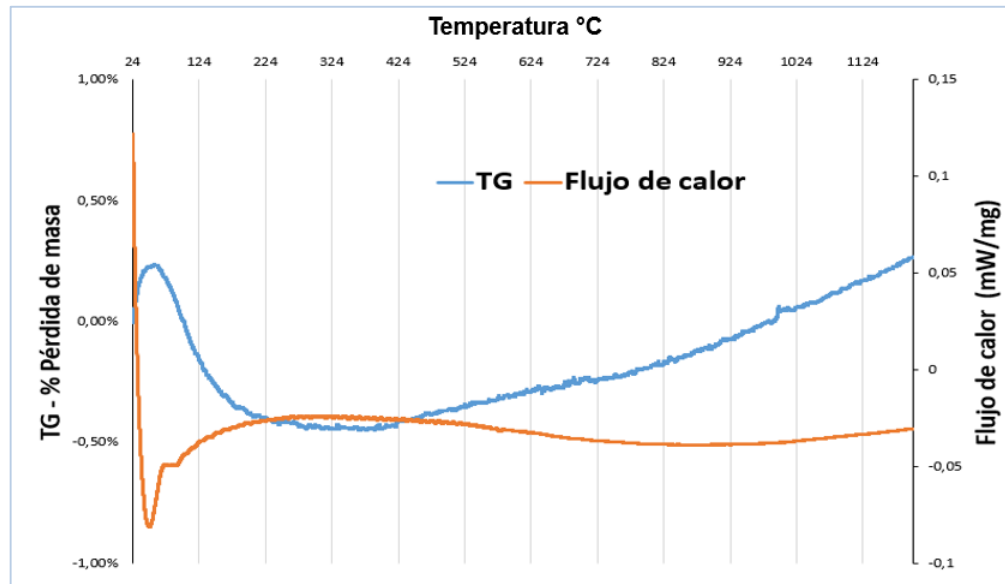
4.4.3.4 Análisis térmico mezclas refractario – yeso y refractario – Na₂SiO₃ Los análisis térmicos mostraron diferencias significativas entre las mezclas aglomeradas con yeso y silicato de sodio. Las curvas TG y DSC para la mezcla refractario/Yeso (véase la figura 27), reflejan la pérdida de agua de cristalización de CaSO₄·2H₂O a 140 °C según el pico endotérmico. La descomposición a anhidrita CaSO₄, comienza cerca de los 950°C y se completa a 1200°C perdiéndose alrededor del 10% de masa.

Figura 27. Curva termogravimétrica y de flujo de calor (DSC) de la mezcla refractaria refractario/yeso.



En cambio, el análisis térmico mostrado en la figura 28, manifiesta la notable estabilidad térmica que posee la mezcla aglomerada con silicato de sodio, porque desde la temperatura ambiente hasta los 1200°C la curva TG no registra cambios de masa mayores del 0,5% y solo existe un pequeño proceso endotérmico más o menos a 95 °C por parte de la pérdida del exceso de agua.

Figura 28. Curva termogravimétrica y de flujo de calor (DSC) de la mezcla refractaria refractario/Na₂SiO₃



4.4.1 Caracterización de revestimientos refractarios

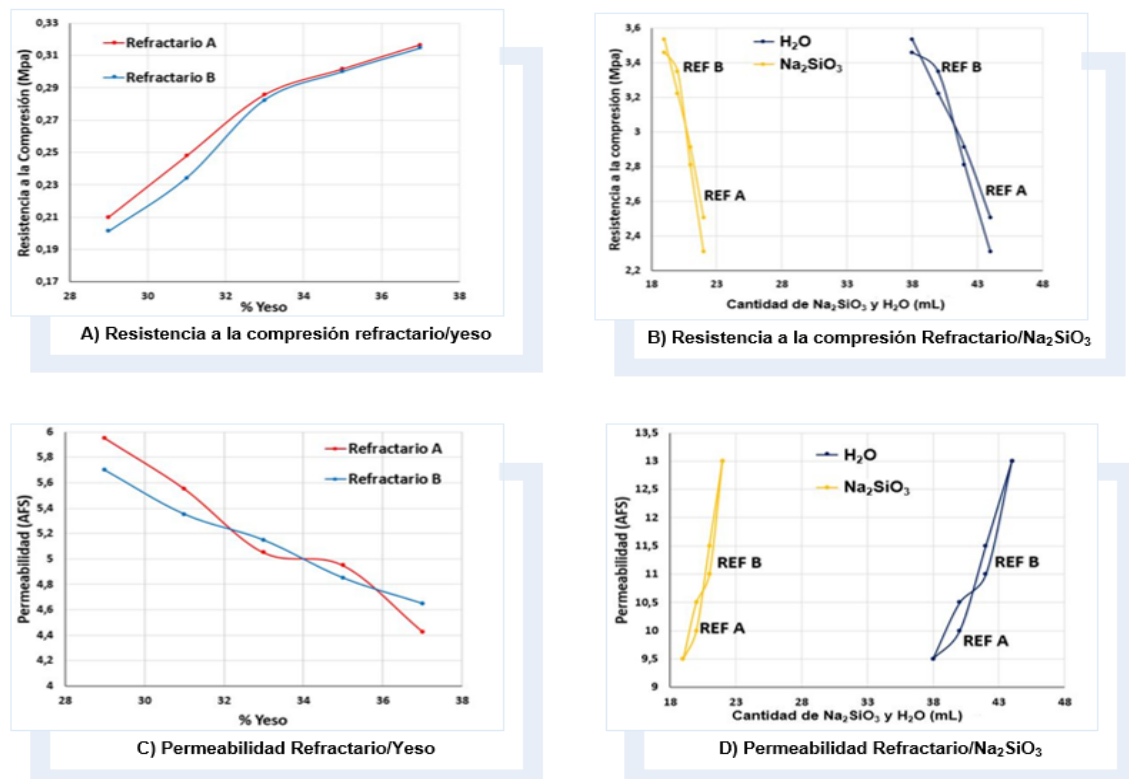
4.4.1.1 Determinación de propiedades físico-mecánicas La caracterización de los revestimientos refractarios consistió en determinar la resistencia a la compresión, medir la permeabilidad y someter a choque térmico probetas cilíndricas de 2" de diámetro por 2" de alto (norma AFS [17] para probetas de moldeo de arenas) de las mezclas en la tabla 4, elaboradas con los procedimientos de la figura 5 y luego de ser tratadas térmicamente como en la figura 6.

Los resultados de resistencia a la compresión y permeabilidad llevados a cabo por la normas NTC 682 y AFS respectivamente, se muestran en la figura 29. Según los apartados a y c de dicha figura, los revestimientos con proporciones refractario A - yeso y refractario B - yeso aumentaron su resistencia y disminuyeron su permeabilidad con mayores porcentajes de aglomerante, debido a que la hidratación de la mezcla conduce a la transformación del $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ en $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Este dihidrato es resistente y mayor presencia de esta fase mejora el desempeño del revestimiento bajo esfuerzos de compresión, así mismo la permeabilidad disminuyó porque los espacios vacíos entre las partículas del

material refractario que brindan los canales para el paso del gas fueron obstruidos por las agujas de yeso, como se puede ver en la micrografía obtenida por SEM de la figura 33.

Durante el fraguado de las mezclas con Na_2SiO_3 (silicato de sodio) se formaba una película delgada de gel, que se desplazaba a través de los espacios vacíos entre las partículas de los refractarios A y B, hasta cubrir toda su superficie quedando unidas cuando este se endureciera con CO_2 [4]. En consecuencia, las relaciones con mayor cantidad de agua precipitaron una película menos homogénea, dejando mayor cantidad de espacios vacíos favoreciendo la permeabilidad, a diferencia de la resistencia a la compresión que se vio afectada por perturbar la cohesión entre las partículas.

Figura 29. Resultados de Resistencia a la compresión y permeabilidad



Seguidamente la prueba de choque térmico se hizo a una temperatura de 700 °C con cinco ciclos de calentamiento-enfriamiento, de acuerdo a la norma NTC 1432. Como se observa en la figura 30, desde el primer ciclo térmico aparecieron grietas superficiales que se propagaron al interior de las probetas (aglomeradas con yeso) al paso de los ciclos térmicos junto con un notable desconchamiento en su perímetro. Para el caso de las probetas aglomeradas con silicato de sodio (véase la figura 31) desde el ciclo inicial se agrietaron considerablemente colapsando por completo al final del enfriamiento del segundo ciclo para todas las composiciones y tipo de refractario. El agrietamiento de las probetas con los distintos agentes aglomerantes, se debieron a los esfuerzos térmicos originados por los cambios bruscos de temperatura y la baja conductividad térmica de los revestimientos refractarios.

Figura 30. Resultado pruebas de choque térmico de revestimientos refractarios aglomerados con yeso.

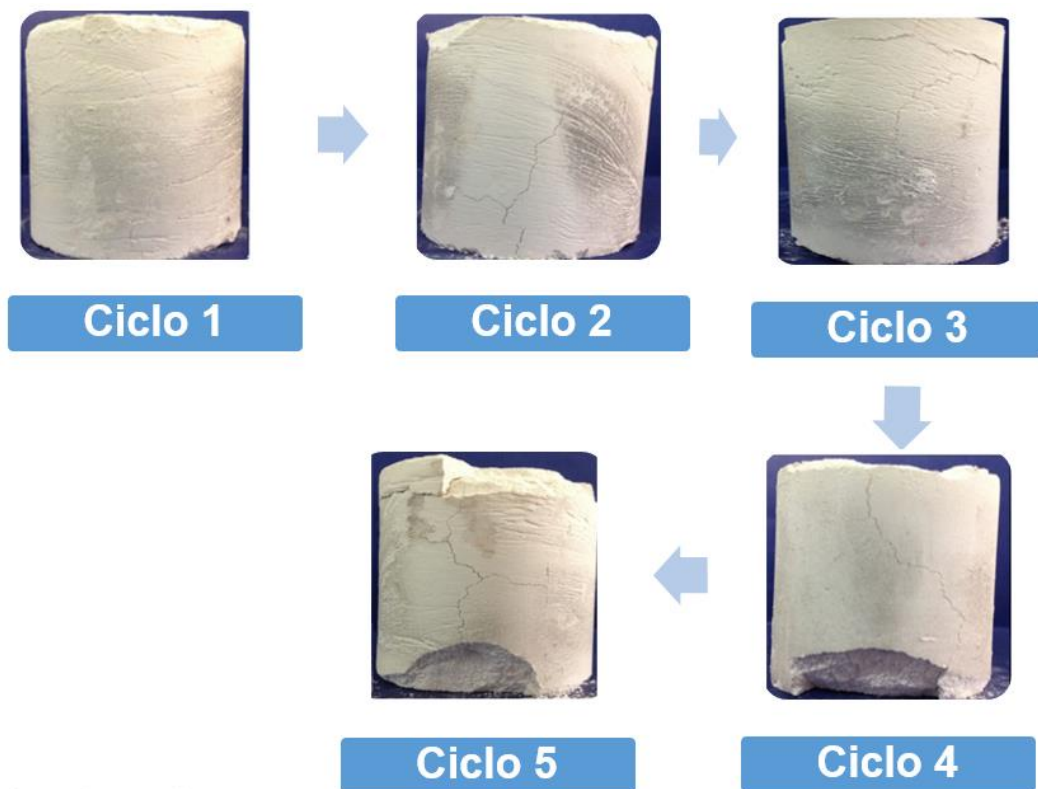
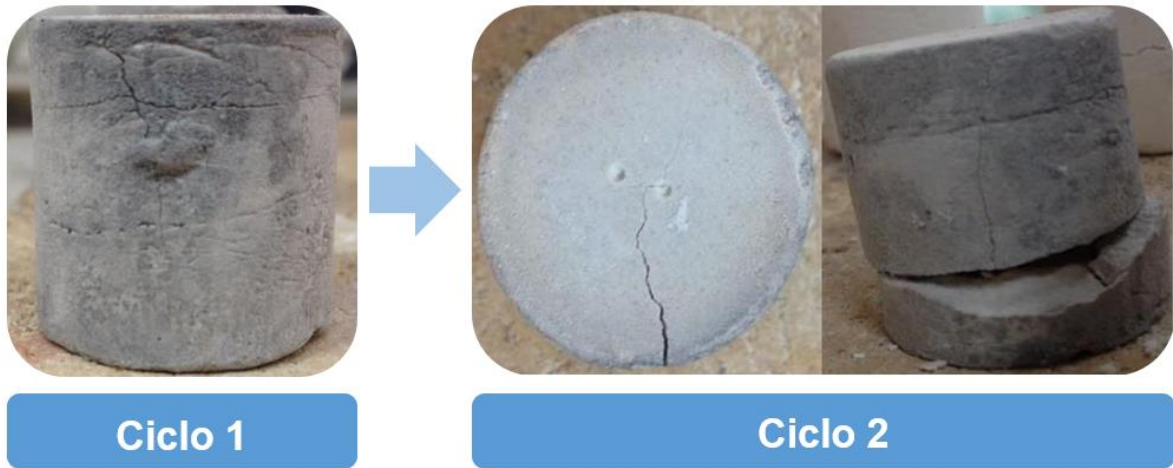
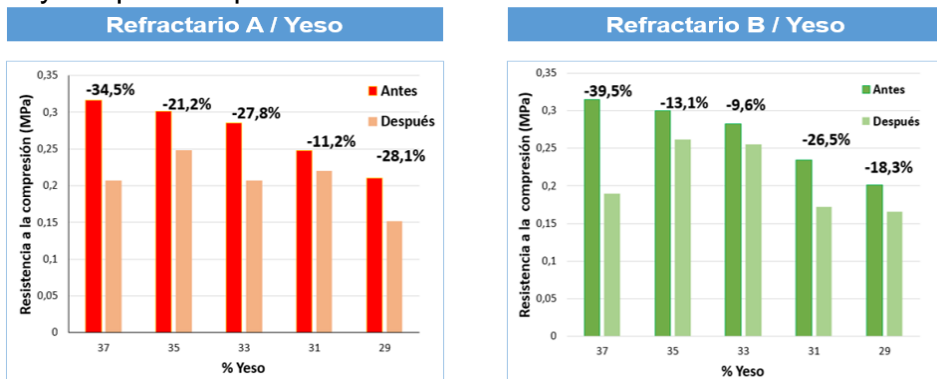


Figura 31. Resultados prueba de choque térmico de revestimientos refractarios aglomerados con silicato de sodio.



Posterior al choque térmico, se realizaron pruebas de compresión con objeto de estimar el efecto de los esfuerzos térmicos sobre los revestimientos. La figura 32, muestra la disminución de la resistencia a la compresión para los revestimientos de los refractarios A y B con yeso. Para todas las relaciones con cada tipo de refractario hubo disminución de la resistencia, pero ligeramente menores para los revestimientos con refractario B. Los ensayos de compresión para los revestimientos con silicato de sodio no se pudieron realizar, puesto que la integridad de las probetas si vio totalmente afectada, separándose por completo (véase la figura 31).

Figura 32. Variación de la resistencia a la compresión de los revestimientos refractario/yeso por choque térmico.



Terminada la caracterización de los revestimientos refractarios, las mezclas aglomeradas con silicato de sodio se descartaron, a causa de las grietas (y rápida propagación) que conllevaron al deterioro total de las probetas a tan solo 2 ciclos térmicos. Manifestando este comportamiento, al colar el metal fundido se obtendrían piezas incompletas o con defectos de fundición; así mismo, después de los ciclos térmicos los revestimientos resultaron ser considerablemente resistentes provocando poca capacidad de desmoldeo.

4.4.2 Proceso de microfundición

4.4.2.1 Selección de la mezcla refractaria para microfundición Para colar prototipos de joyas se escogieron las mezclas de refractario/yeso que reunieron los resultados más convenientes para microfundición y con propiedades similares de la mezcla comercial (sílice/yeso). Para cada tipo de refractario se seleccionó la relación 71/29, puesto que las dos tienen un tiempo de trabajo y fraguado comprendido entre 8 – 10 minutos y 13 – 15 minutos respectivamente, a su vez superan la permeabilidad de 4,8 AFS (aspecto a mejorar), su resistencia a la compresión no está dentro del rango de 0,2447 - 0,3137 pero se acerca al límite inferior y el porcentaje de disminución de la resistencia a la compresión después del choque térmico fue mínimo (-18,3%). La tabla 5 resume las propiedades de las mezclas seleccionadas para colar los prototipos de joyería.

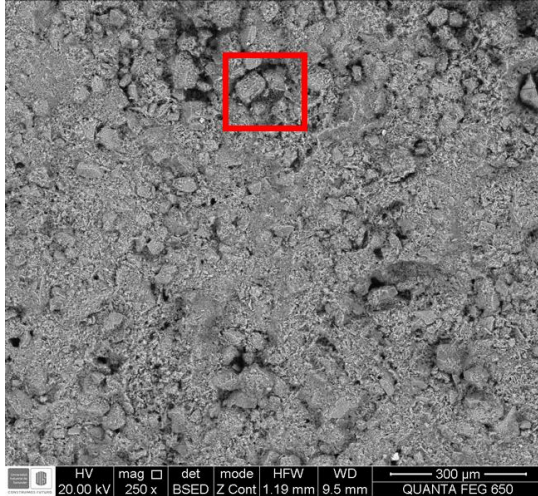
Tabla 5. Principales propiedades de la mezcla comercial y mezclas para microfundición

Mezcla	Permeabilidad AFS	Resistencia a la compresión (MPa)	Resistencia a la compresión después del choque térmico(MPa)	% de reducción
Comercial	4,8 ± 0,12	0,2447 - 0,3137	0,214 ± 0,094	-23,5 ± 0,3
Refractario A/Yeso	5,95 ± 0,12	0,21 ± 0,033	0,151 ± 0,014	-28,1 ± 0,2
Refractario B/Yeso	5,7 ± 0,17	0,201 ± 0,1	0,165 ± 0,018	-18,3 ± 0,3

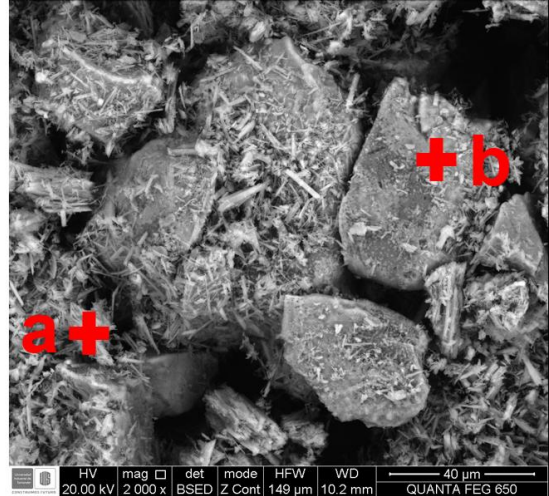
Una micrografía por SEM de un revestimiento refractario A/Yeso es mostrado en la figura 33. La microestructura es una mezcla de las partículas de refractario rodeadas y unidas por agujas de $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$. Las partículas del refractario de acuerdo con el análisis EDS en el punto *b (véase la figura 33 (2)) contienen Si, O y Ca indicando que son las partículas de SiO_2 parcialmente recubiertas por las especies de silicato de calcio, puesto que, el calcio detectado sobre la partícula de SiO_2 no debe estar asociado principalmente al yeso debido a que la intensidad de azufre sobre esta superficie es leve comparado con el análisis EDS sobre agujas de yeso (figura 33 (2) punto a*) que revela intensidades de Ca, S y O elevadas comprobando la composición de CaSO_4 .

Figura 33. Micrografías SEM revestimiento refractario A/ Yeso 50:100 ml/g
 1) 250x 2) 2000x 3) Análisis EDS en a b) Análisis EDS en b

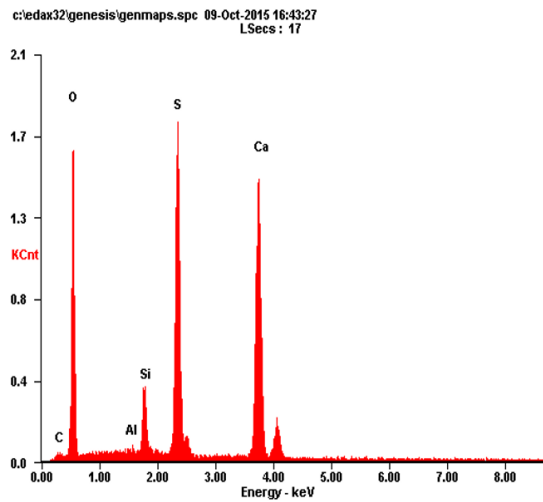
1) 250x



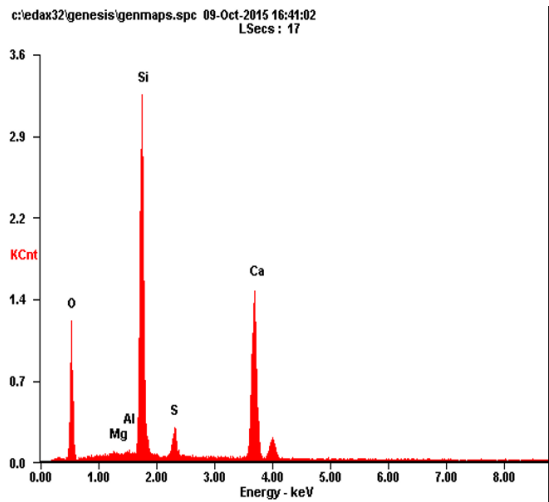
2) 2000x



3) Análisis EDS en a⁺



4) Análisis EDS en b⁺



4.4.2.2 Análisis del comportamiento del revestimiento en colada preliminar El análisis para el revestimiento refractario B/Yeso de proporción 71/29 y 50:100 mL/g es resumido en la figura 34. En la primera etapa de elaboración, el revestimiento cubrió por completo el modelo en cera, después del descerado y tratamiento térmico, el revestimiento no presentó grietas, luego de colar la aleación a 639 °C se

produjo una grieta ligera que rodeó todo el perímetro de la superficie circular del molde en contacto con el cilindro metálico y al continuar solidificándose la aleación se propagaron dos grietas hacia el interior terminando en el sistema de alimentación principal. Las grietas fueron producto del conflicto entre los esfuerzos por parte de la contracción de la aleación, la expansión por inversión del cuarzo y transformaciones del yeso presente en el revestimiento. A juzgar por el resultado de la fundición (véase la figura 34 (4)), las grietas provocadas al revestimiento para no representaron ningún problema, puesto que la forma de las piezas no se vio afectada.

Figura 34. Comportamiento del revestimiento refractario B / Yeso 71/29 50/100 ml/g en colada preliminar

1) Revestimiento en verde con modelo en cera



2) Revestimiento después de colada la aleación



Continuando la **figura 34**

3) Agrietamiento al solidificar la aleación



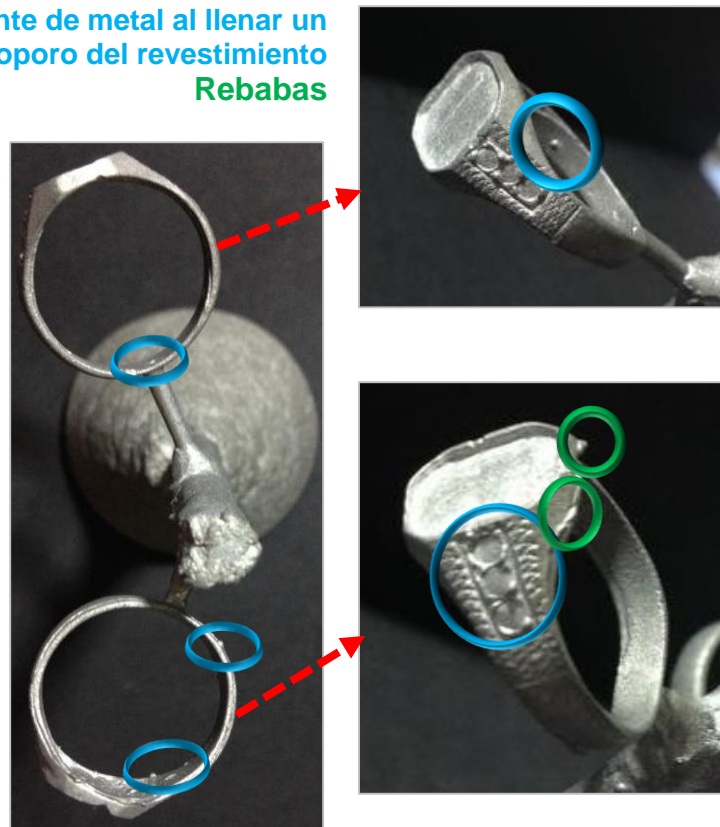
4) Piezas coladas de la fundición preliminar



Para la fundición con el revestimiento preliminar se observó, que el llenado del molde fue completo, la reproducción de la forma y detalles fue apreciable a la vez que su calidad superficial, pero con algunos defectos de fundición como macroporos salientes y pequeñas rebabas. Véase la figura 35.

Figura 35. Resultado de la fundición preliminar con revestimiento refractario B / Yeso 71/29 50:100 ml/g

Saliente de metal al llenar un macroporo del revestimiento
Rebabas



4.4.2.3 Aplicación de los revestimientos refractario/ yeso con esmeraldas colombianas pre-engastadas De acuerdo al apropiado desempeño del revestimiento en la fundición preliminar, se llevaron a cabo coladas con aleación zamak, siguiendo las pautas mencionadas en el desarrollo experimental con los revestimientos refractario A/yeso y refractario B/ yeso de proporción 71/29 y cantidad de agua 50:100 mL/g.

Al analizar los resultados de la microfundición con esmeraldas pre-engastadas, ambos revestimientos se llenaron por completo y copiaron adecuadamente la forma

y detalles de los anillos. La reconstrucción 3D del microscopio Hirox mostró que la rugosidad promedio con el refractario B fue menor, con mejor acabado superficial y ausencia de defectos importantes, en contraste con el refractario A que se presentaron defectos de fundición como rebabas y salientes de metal provocados por los macroporos del revestimiento. Véase la figura 36.

Figura 36. Resultado de la fundición con esmeraldas pre-engastadas.

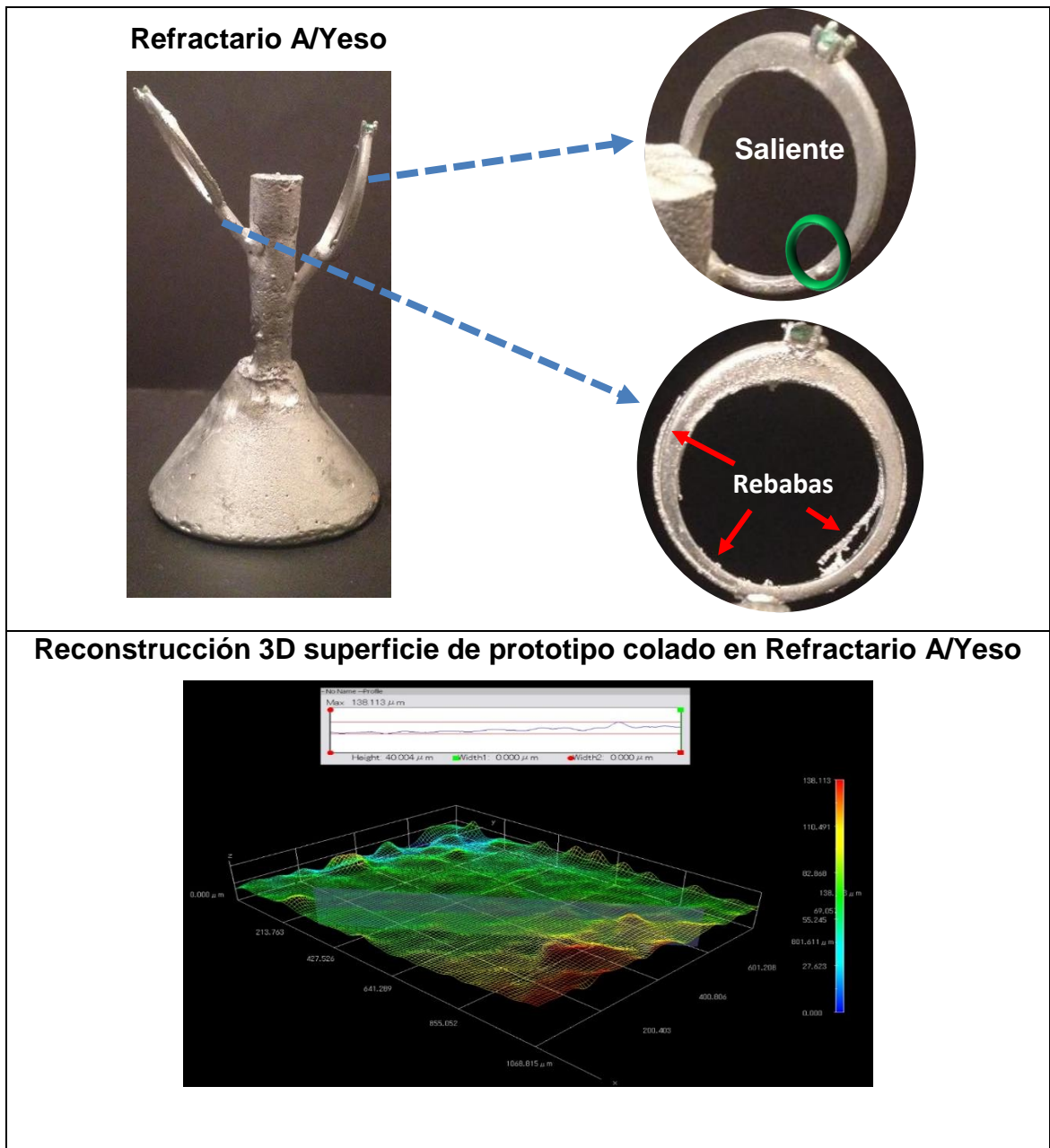
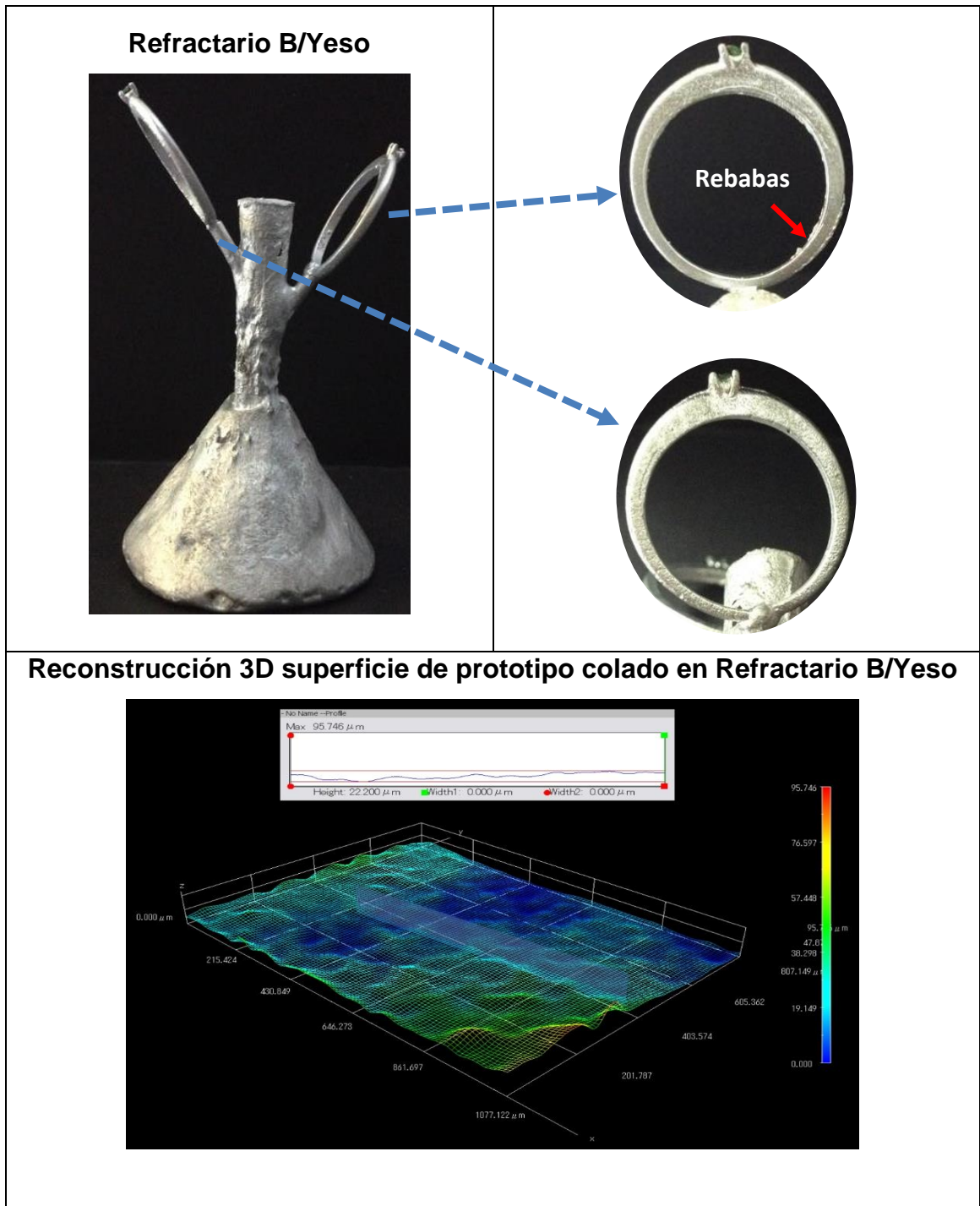
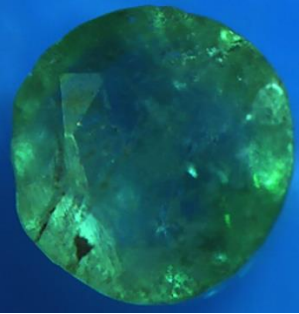
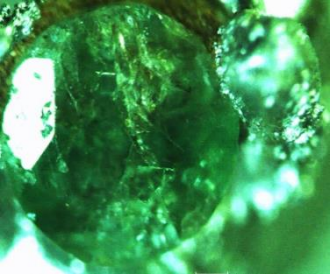
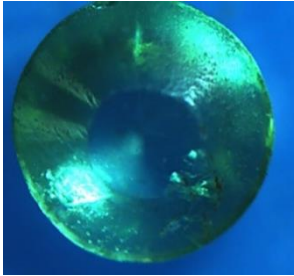
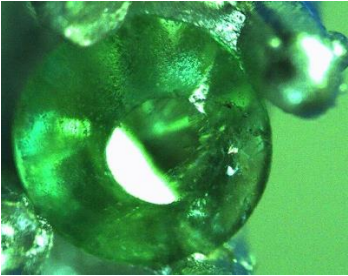
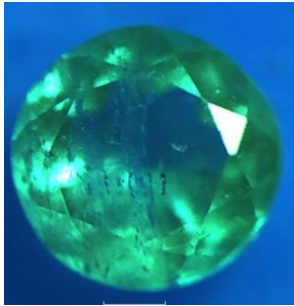
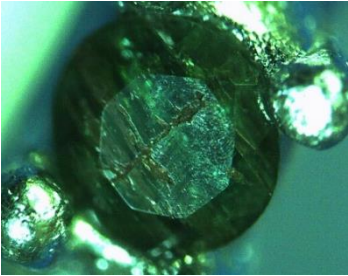
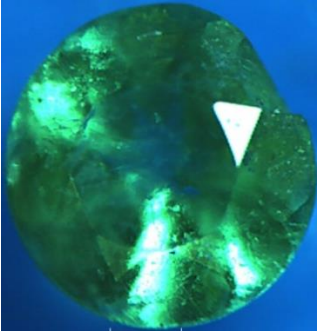
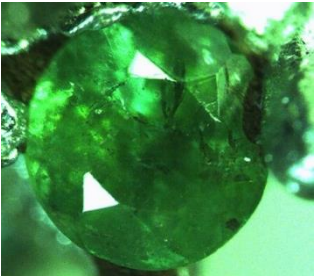


Figura 37 Resultado de la fundición con esmeraldas pre-engastadas.



Finalmente se evaluó cualitativamente por medio del microscopio Hirox la influencia de la temperatura sobre las propiedades de las esmeraldas pre-engastadas y el grado de protección del unto circonita-alcohol (60%-40%) que de acuerdo a Villamizar, S y Rivera, K [9] actúa como protector de la gema al daño por exposición a altas temperaturas. La figura 38 muestra que las gemas están bien sujetas por las garras del engaste comprobando un íntimo contacto entre metal líquido y la esmeralda. El deterioro en todas las gemas fue evidente, sin embargo la pérdida de brillo y aumento en el tamaño y cantidad de grietas se acentuó en las esmeraldas que no contaron con dicho unto.

Figura 38. Análisis cualitativo de las esmeraldas pre-engastadas después de la fundición

Antes de la fundición	Después de la fundición
	<p data-bbox="950 348 1372 382">Refractario A/Yeso - Sin recubrir</p> 
	<p data-bbox="950 743 1372 777">Refractario A /Yeso – Recubierta</p> 
	<p data-bbox="950 1102 1372 1136">Refractario B/Yeso - Sin recubrir</p> 
	<p data-bbox="950 1478 1372 1512">Refractario B-/Yeso – Recubierta</p> 

5 CONCLUSIONES

- Las materias primas de arena sílice y cal viva con concentraciones de 99,54% de SiO_2 y 67,64% CaO respectivamente. Resultaron adecuadas para obtener las especies ($\text{Ca}_x\text{SiO}_{x+2}$), wollastonita CaSiO_3 y pseudowollastonita $\text{Ca}_3(\text{SiO}_3)_3$, mediante la sinterización parcial a 1200°C de la interfaz entre las partículas de SiO_2 y CaO .
- La sinterización de las mezclas con proporciones 80/20 y 75/25 de arena sílice y cal viva produjo principalmente cuarzo, cristobalita y las especies de silicato de calcio, tales como: wollastonita (CaSiO_3) y pseudowollastonita $\text{Ca}_3(\text{SiO}_3)_3$, sin embargo la reducción del 54,9% de cuarzo y la aparición de aproximadamente el 25% de especies $\text{Ca}_x\text{SiO}_{x+2}$, fue ligeramente superior para la mezcla con composición de 75% sílice y 25% cal viva.
- La diferencia entre los revestimientos de microfundición refractario A/yeso y refractario B/ yeso fue el porcentaje de las fases cristalinas de cuarzo, cristobalita, wollastonita y pseudowollastonita, porque de acuerdo a la caracterización de sus propiedades térmicas y físico-mecánicas los revestimientos con cada tipo de material refractario no presentaron diferencias sustanciales.
- Las mezclas refractarias elaboradas con silicato de sodio se descartaron por no soportar más de dos ciclos térmicos de calentamiento-enfriamiento y además, porque contaron con considerable resistencia (2,5 – 3,5 MPa) después del tratamiento térmico provocándoles poca capacidad de desmoldeo.

- El revestimiento refractario fabricado con la proporción en peso de 71% refractario B - 29% yeso, la relación de 50 mL de agua destilada por cada 100 g de polvo, granulometría pasante malla 200 y agitación a 650 rpm, produjo los mejores resultados en la microfundición de anillos pre-engastados con esmeraldas colombianas tipo I, al colar la aleación Zamak a una temperatura comprendida entre 570°C y 650°C.
- El uso de la nueva fase refractaria a partir de la cal viva y arena sílice desarrollada en este trabajo, demostró la posibilidad de mejorar el desempeño de los moldes tradicionales de microfundición, al reducir la presencia de cuarzo y por tanto su expansión durante la colada, reemplazándolo con las fases wollastonita y pseudowollastonita que carecen de transformaciones físicas y químicas en el intervalo de temperatura 25 – 1200 °C.
- La temperatura de colada entre 570°C y 650 °C provocó pérdida de brillo y aumento en el tamaño y cantidad de grietas en todas las esmeraldas (tipo I) pre-engastadas, acentuándose estos cambios físicos desfavorables en aquellas que no contaron con el unto refractario circonita-alcohol (60%-40%).
- Finalmente, se concluye que el material refractario compuesto principalmente de cuarzo, cristobalita, wollastonita y pseudowollastonita es adecuado en colada con aleaciones de bajo punto de fusión (385 – 701 °C), puesto que, las pruebas de microfundición con esmeraldas pre-engastadas, los prototipos de joyería presentaron pocos defectos de fundición y adecuado acabado superficial.

6 RECOMENDACIONES

- Utilizar una cal viva que esté compuesta casi por completo de CaO, para aumentar la obtención de especies $\text{Ca}_x\text{SiO}_{x+2}$ al interactuar con el SiO_2 .
- Evaluar el proceso de sinterización parcial de la arena sílice y cal viva en función de la temperatura y tiempo para encontrar los valores mínimos con los que se obtienen las especies $\text{Ca}_x\text{SiO}_{x+2}$ y no entrar en gastos innecesarios de energía.
- Fabricar revestimientos refractarios con silicatos de sodio que posean módulos menores a 3,04 y endurecerlos con otros agentes catalizadores diferentes del CO_2 , como ésteres o resinas.
- Analizar más a fondo el comportamiento del revestimiento refractario B/yeso 71/29, 50:100 ml/g y granulometría fina (malla -200) mediante ensayos de microfundición especialmente con aleaciones preciosas de puntos fusión entre los 1100°C y 1400°C .
- A demás del unto refractario circonita-alcohol (60%-40%), estudiar otros factores como la calidad, tipo de talla y técnica de pre-engaste de la esmeralda, a fin de mejorar los resultados ya obtenidos del contacto de la gema con el metal líquido.

REFERENCIAS

- [1] Artamendi, I. y Alberto M. Agenda de Fundición. En: Determinación del módulo de un silicato. 1 ed. Madrid: Editora y Distribuidora de Publicaciones Técnicas, 1971.p. 34-71.
- [2] Bulatovic, S. M..Handbook of Flotation Reagents. En: Flotation of Copper Sulfides Ores. Elsevier.p. 235
- [3] Castaño, D Preparación y evaluación de un revestimiento de yeso con agentes refractarios diferentes a la sílice para su aplicación al método de pre-engaste de esmeraldas. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, 2014 .p.12-14.
- [4] Cotella N. G, Gonzalez Oliver C. J. R, Kohl R. G, Varela P. G. ROL DEL AGLOMERANTE DE SILICE EN FUNDICION DE PRECISION. CONAMET/SAM-SIMPOSIO MATERIA, 2002. p. 1-2-3.
- [5] Cruz, J. T. Fabricación de noyos en arena, Universidad Nacional de Colombia, 1980.p. 12-18-19-20.
- [6] Society For Mining Metallurgy and Exploration. Exploration, S. F. Surface Mining. En: Surface Mining. 2 ed. Littleton: Society For Mining Metallurgy and Exploration Inc, 1990. p. 173.
- [7] Ferrucho, S. P. COMPARACIÓN TÉCNICA DE LA MEZCLA DE ARENA PARA. CIENCIA E INGENIERÍA NEOGRANADINA, 2006.p. 108.
- [8] Sias, Fred R. Lost-wax Casting Old, New, and Expensive Methods. En: Six Steps For Casting . Pendleton: Woodsmere Press.p. 9-10-11-12.
- [9] KATRINA MICHELL RIVERA ARIZA, J. S. (2014). CARACTERIZACION Y APLICACION DE RECUBRIMIENTOS CERAMICOS A GEMAS DE ESMERALDAS COLOMBIANAS PARA SU PROTECCION EN EL PROCESO DE MOLDEO EN CERA PERDIDA : METODO PRE-ENGASTE . Bucaramanga, Ingeniería metalúrgica: Universidad Industrial de Santander.
- [10] M., H. M. Fundición de Precisión. Ingeniería e investigación, 1991 .p.36.

- [11] J. C., Cornelius S. Hurlbut . Manual de Mineralogía de Dana. En: Mineralogía sistemática, silicatos. 5 ed. Barcelona: Reverté S.A, 1985.p. 158-437-447.
- [12] American Foundry Society. Mold & Core Test Handbook. 2001. En: Foundry Aggregates. 3 ed. Schaumburg: American Foundry Society INC, 2006 .p. 1 - 11, 1-13, 1-14.
- [13] N.B. Singh a, B. M. (2007). Calcium sulphate hemihydrate hydration leading to. Elsevier, 21.
- [14] Ortuño, Á. V. Introducción a la Química Industrial. En:La Caliza Como Materia Prima. Barcelona: Reverté, 2006.p. 192.
- [15] Patrizio Sbornicchia. Advances in jewellery microcasting. En: Elsevier. Febrero, 2004.p 195-196-197-204.
- [16] American Foundry Society. Principles of Sand Control. 2008. En: Sand A. F. 4- Principles of Sand Control (págs. 1-6, 1-7). Schaumburg: American Foundry Society, Inc.
- [17] Society, A.F.S. Manual de Arenas Para Fundición. En: Arenas Para Fundición. Schaumburg: American Foundry Society INC, 1967 .p 12-29-42.
- [18] Tyler Teague, J. I. Casting Metal Directly onto Stones. 2014. Rio Grande .p. 6.
- [19] Vidrio, S. E. El cuarteo y el desconchado del esmalte. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio.1977. p. 3-12.

BIBLIOGRAFÍA

- ALMARAHLÉ, G. (2005). Production of silica-refractory Bricks From White Sand . American Journal of Applied Sciences, 4.
- Artamendi, I. F. (1971). Agenda de Fundición. 34-71.
- Brunk, F. (1992). Quality Control and Material Testing. Clausthal: University of Clausthal.
- Bulatovic, S. M. (2007). Handbook of Flotation Reagents. Amsterdam: Elsevier.
- Caribe, J. (2012). Joyería Caribe, Emerald Museum & Factory. Obtenido de <http://jcemeralds.com/es/museum/mines-chamber/location/>
- Castaño, D. (2014). Preparación y evaluación de un revestimiento de yeso con agentes refractarios diferentes a la sílice para su aplicación al método de pre-engaste de esmaraldas. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander.
- Cotella N. G, Gonzalez Oliver C. J. R, Kohl R. G, Varela P. G. (2002). ROL DEL AGLOMERANTE DE SILICE EN FUNDICION DE PRECISION. CONAMET/SAM-SIMPOSIO MATERIA, 1-2-3.
- Cruz, J. T. (1980). Fabricación de noyos en arena. En J. T. Cruz, Fabricación de noyos en arena (págs. 12-18-19-20).
- Exploration, S. F. (1990). Surface Mining. En I. B. Society For Mining Metallurgy and Exploration, Surface Mining (pág. 173). Littleton: Society For Mining Metallurgy and Exploration, Inc.
- Ferrucho, S. P. (2006). COMPARACIÓN TÉCNICA DE LA MEZCLA DE ARENA PARA. CIENCIA E INGENIERÍA NEOGRANADINA, 108.
- Fred R. Sias, J. P. (2005). Lost-wax Casting Old, New, and Expensive Methods. En J. P. Fred R. Sias, Lost-wax Casting Old, New, and Expensive Methods. Pendleton: Woodsmere.
- Geology, D. O. (1948). Sands From Pittsburg, Contra Costa Country, And Oceano, San Luis Obispo. California: AMERICAN FOUNDRY SOCIETY, INC.

- International, A. (Junio de 2014). Standard Methods for Physical Testing of Gypsum, Gypsum Plasters and Concrete. Obtenido de International, ASTM: www.astm.org
- KATRINA MICHELL RIVERA ARIZA, J. S. (2014). CARACTERIZACION Y APLICACION DE RECUBRIMIENTOS CERAMICOS A GEMAS DE ESMERALDAS COLOMBIANAS PARA SU PROTECCION EN EL PROCESO DE MOLDEO EN CERA PERDIDA : METODO PRE-ENGASTE . Bucaramanga, Ingeniería metalúrgica: Universidad Industrial de Santander.
- Krukowski, S. T. (s.f.). Foundry Sands.
- M., H. M. (1991). Fundición de Precisión. Ingeniería e investigación, 36.
- Manual de Mineralogía de Dana. (1985). En J. C. Cornelius S. Hurlbut, Manual de Mineralogía de Dana (págs. 158, 437-447). Barcelona: Reverté S.A.
- Mike McDonald, J. L. (2008). Sodium Silicate a Binder. THE PQ CORPORATION, 6.
- Mold & Core Test Handbook. (2001). En A. F. Society, Mold & Core Test Handbook (págs. Section 1 -11, 1-13, 1-14).
- N.B. Singh a, B. M. (2007). Calcium sulphate hemihydrate hydration leading to. Elsevier, 21.
- N.B. Singh a, B. M. (2007). Calcium sulphate hemihydrate hydration leading to gypsum crystallization. ELSEVIER, 21.
- Ortuño, Á. V. (1999). Introducción a la Química Industrial. Barcelona: REVERTÉ.
- Otero, A. V. (s.f.). La cal. Escuela Politécnica Superior de Ávila.
- Patrizio Sbornicchiaa, G. M. (2003). Advances in jewellery microcasting. ELSEVIER, 10.
- Principles of Sand Control. (2008). En A. F. 4-M, Principles of Sand Control (págs. I-6, I-7). Schaumburg: American Foundry Society, Inc.
- RIOS, E. G. (1985). QUÍMICA. Barcelona: Reverté.
- Robinson, G. W. (1922). A new Method for the mechanical Analysis of soils. Journal agricultural Science.

- Society, A. F. (1967). Manual de Arenas para Fundición. North Penny Lane Schaumburg: American Foundrymen's Society INC.
- Society, A. F. (1967). Manual de Arenas Para Fundición. En A. F. Society, Manual de Arenas Para Fundición (págs. 11, 12, 29-42).
- TÉCINAS, I. C. (2001). MATERIALES REFRACTARIOS. DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA AL CHOQUE TÉRMICO. Bogotá: ICONTEC.
- Tyler Teague, J. I. (2014). Casting Metal Directly onto Stones. Rio Grande , 6.
- Varela P. G., C. N. (2002). ROL DEL AGLOMERANTE DE SILICE EN FUNDICION DE PRECISION. Río Cuarto, Argentina: CONAMET/SAM-SIMPOSIO MATERIA 2002.
- Vidrio, S. E. (1977). El cuarteo y el desconchado del esmalte. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, 3-12.
- Well, E. P. (1934). STUDY OF THE SYSTEM $\text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2$ AT 30 C AND OF THE REACTION OF WATER ON THE ANHYDROUS CALCIUM SILICATES. U.S. Department of Commerce, 33.

ANEXOS

Anexo A. 1) Análisis de Fluorescencia de Rayos X de la arena sílice. 2) Análisis de difracción de Rayos X de la arena sílice.

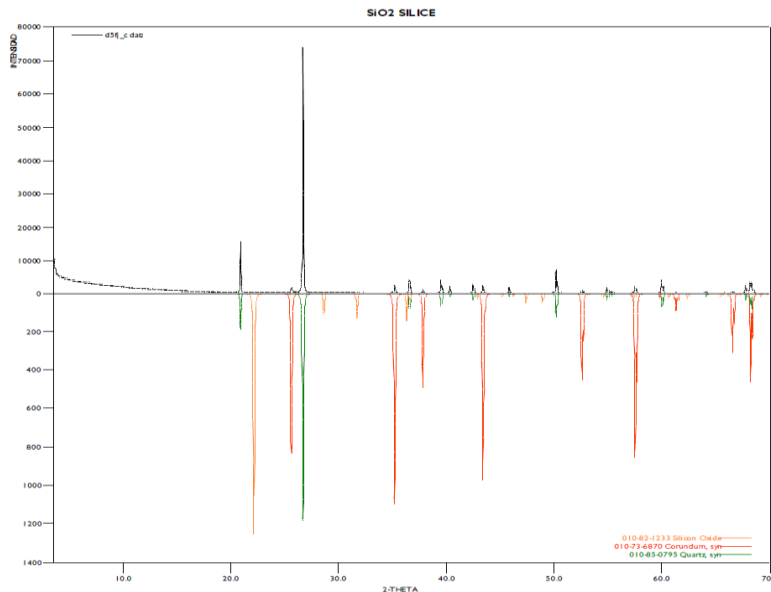
1) Fluorescencia de Rayos X de la arena sílice

Elemento	Número atómico (Z)	Concentración	Óxido	Concentración
Si	14	46,53%	SiO ₂	99,54%
Ti	22	0,11%	TiO ₂	0,18%
Zr	40	0,09%	ZrO ₂	0,12%
Al	13	0,04%	Al ₂ O ₃	0,07%
Fe	26	0,02%	Fe ₂ O ₃	0,03%
---			*L.O.I	0,04 %
<i>Elementos minoritarios</i>				
Elemento	Número atómico (Z)	Concentración	Óxido	Concentración
Cr	24	38 mg/Kg	Cr ₂ O ₃	55 mg/Kg
Cu	29	17 mg/Kg	CuO	21 mg/Kg
Ni	28	17 mg/Kg	NiO	21 mg/Kg
Zn	30	13 mg/Kg	ZnO	16 mg/Kg

- Los siguientes elementos fueron detectados, sin embargo no pudieron ser cuantificados: S, K, Y y Ca.

2) Difracción de Rayos X de la arena sílice

FASE		No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	Si O ₂	010-85-0795	Cuarzo	93,7 %
	Si O ₂	010-82-1233	Cristobalita	N.C
Total Cristalino				93,7 %
Amorfos y otros				6,3 %



Anexo B. 1) Análisis de Fluorescencia de Rayos X de la cal viva. 2) Análisis de difracción de Rayos X de la cal viva.

1) Fluorescencia de Rayos X de la cal viva

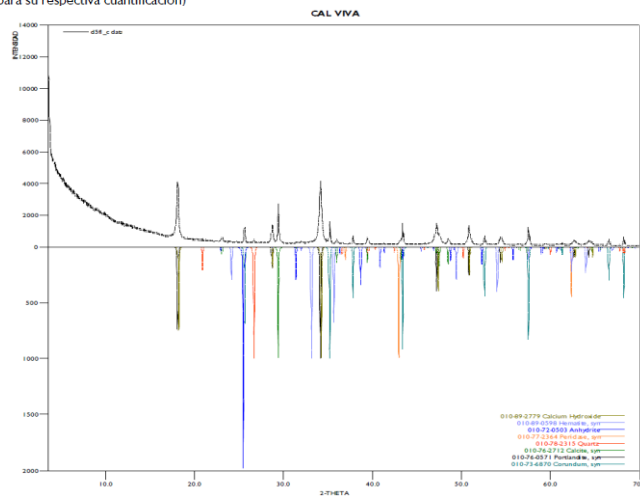
Elemento	Número atómico (Z)	Concentración	Óxido	Concentración
Ca	20	48,34%	CaO	67,64%
Si	14	0,92%	SiO ₂	1,97%
Mg	12	0,49%	MgO	0,81%
Al	13	0,43%	Al ₂ O ₃	0,81%
Fe	26	0,36%	SO ₃	0,57%
S	16	0,23%	Fe ₂ O ₃	0,51%
K	19	0,05%	P ₂ O ₅	0,09%
Sr	38	0,05%	K ₂ O	0,07%
P	15	0,04%	SrO	0,06%
Ti	22	0,02%	TiO ₂	0,04%
Cl	17	0,02%	Cl	0,02%
---			*L.O.I	27,40 %
<i>Elementos minoritarios</i>				
Elemento	Número atómico (Z)	Concentración	Óxido	Concentración
Mn	25	78 mg/Kg	MnO	100 mg/Kg
Zn	30	28 mg/Kg	ZrO ₂	36 mg/Kg
Zr	40	27 mg/Kg	ZnO	34 mg/Kg
Cu	29	20 mg/Kg	CuO	25 mg/Kg

• Los siguientes elementos fueron detectados, sin embargo no pudieron ser cuantificados: Na, Y y Cr.

2) Difracción de Rayos X de la cal viva

FASE		No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	Si O ₂	010-78-2315	Cuarzo	0,7 %
	Ca (O H) ₂	010-76-0571	Portlandita	58,2 %
	Ca (C O ₃)	010-76-2712	Calcita	13,6 %
	Mg O	010-77-2364	Periclasa	N.C
	Ca (S O ₄)	010-72-0503	Anhidrita	N.C
	Fe ₂ O ₃	010-89-0598	Hematita	N.C
	Ca (O H) ₂	010-89-2779	Portlandita	N.C
Total Cristalino				72,5 %
Amorfos y otros				27,5 %

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



Anexo C. Ficha técnica del yeso ortopédico Tipo Alfa. Sulfato de Calcio Hemihidratado



FICHA DE DATOS TÉCNICOS

1. Producto Químico e Identificación

PRODUCTO: Yeso Ortopédico Tipo Alfa	MARCA: ALFA LOTEADO
FAMILIA QUÍMICA: Sulfato de Calcio Hemihidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$)	

2. Especificaciones

CONSISTENCIA TIPO (por cada 100 g polvo)	40 cc	
TIEMPO DE FRAGUADO "VICAT"	2.5 – 5 min	
RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN (Kg/cm ²)	WET (1 hr)	DRY (48 hrs)
	250	500
EXPANSIÓN LINEAL DE FRAGUADO	0.1 – 0.5 %	

3. Propiedades Físicas y Químicas

Aspecto:	Blanco
Estado Físico:	Sólido (polvo)
pH @ 25°C:	- 7
Contenido de Humedad:	6.5 ± 0.5 %
Agua de Cristalización:	6.0 ± 1.0 %
Tamaño de partículas:	74 micras
Densidad :	2.3 – 2.6 g/cm ³
Pureza Química:	≥ 98.0 %
Punto de fusión:	No Aplicable

4. Presentación

Cubeta hermética con 23 Kg.

Anexo D. 1) Análisis de Fluorescencia de Rayos X del yeso. 2) Análisis de difracción de Rayos X del yeso.

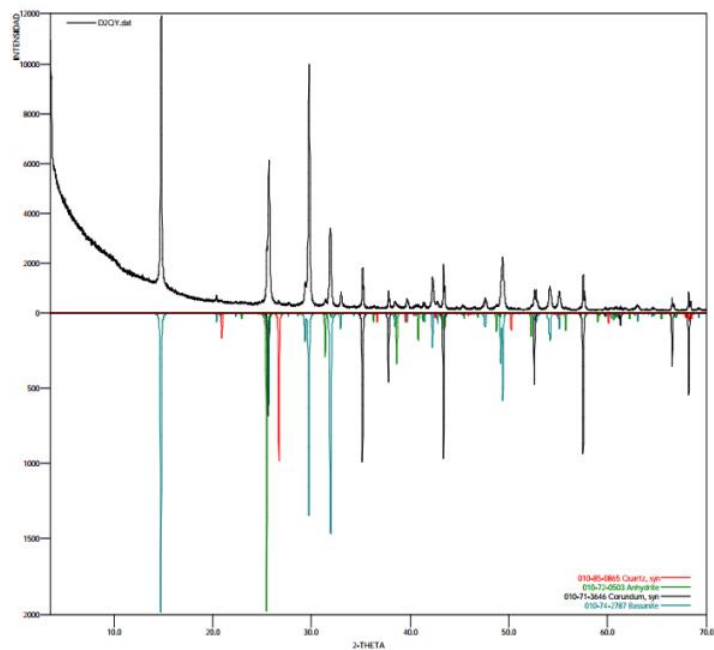
1) Fluorescencia de Rayos X del Yeso

Elemento	Número atómico (Z)	Concentración
Ca	20	28,75%
S	16	20,27%
Si	14	0,23%

Elemento	Número atómico (Z)	Concentración
Sr	38	0,18%
Na	11	0,10%
Mg	12	0,08%
Al	13	0,06%
Fe	26	0,04%
As	33	96 ppm
K	19	50 ppm
Cu	29	17 ppm
Balance (C,H,O)		---

2) Difracción de Rayos X del Yeso

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO
CRISTALINOS	SiO ₂	Cuarzo	<1 %
	Ca(SO ₄)(H ₂ O) _{0.5}	Bassanita	59.9 % (0.3)
	Ca(SO ₄)	Anhidrita	6.7% (0.1)
Total Cristalinos			67.1 %
Amorfos y Otros			32.9 %



Anexo E. Tiempo de Fraguado y Tiempo de trabajo para las mezclas con adecuada viscosidad. 1) Mezclas: Refractario A / Yeso. 2) Mezclas: Refractario B / Yeso. 3) Mezclas: Refractario A/ Na_2SiO_3 . 4) Mezclas: Refractario A/ Na_2SiO_3

1) Mezclas: Refractario A /Yeso

Relación refractario A/Yeso	H ₂ O destilada (ml)	Tiempo fraguado (min)	Tiempo de Trabajo (min)
63/37	50	5	2
65/35		8	2
67/33		9	3
69/31		13	7
71/29		15	8

2) Mezclas: Refractario B /Yeso

Relación refractario B/Yeso	H ₂ O destilada (ml)	Tiempo fraguado (min)	Tiempo de Trabajo (min)
63/37	50	6	2
65/35		7	2
67/33		9	3
69/31		12	6
71/29		13	10

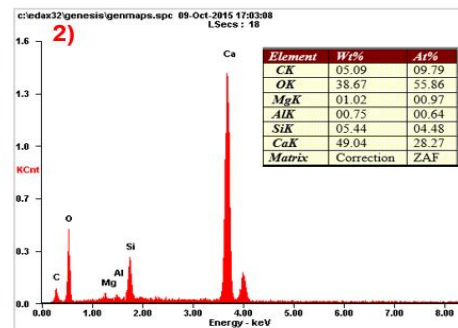
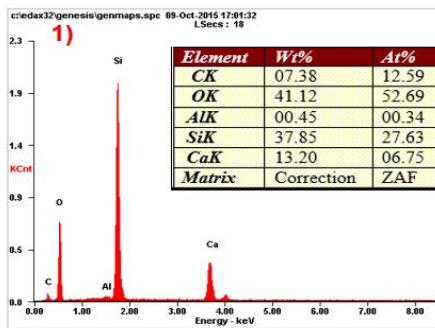
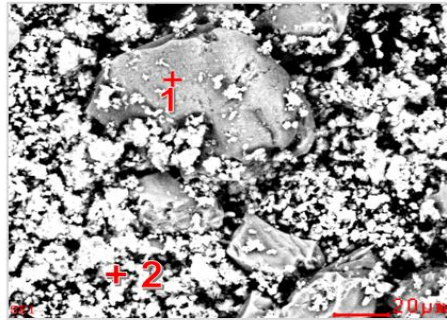
3) Mezclas: Refractario A/ Na_2SiO_3

% Refractario	H ₂ O destilada (ml)	Silicato de sodio (ml)	Tiempo de Fraguado (min)	Tiempo de Trabajo (min)
100	38	19	84	27
	40	20	107,4	35
	42	21	120	48
	44	22	156	61

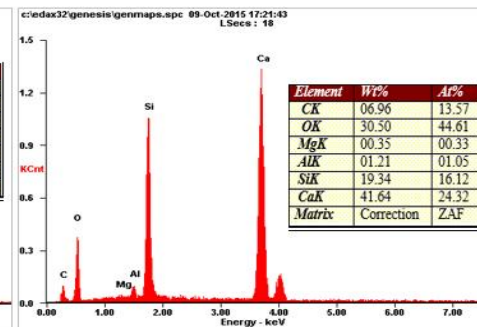
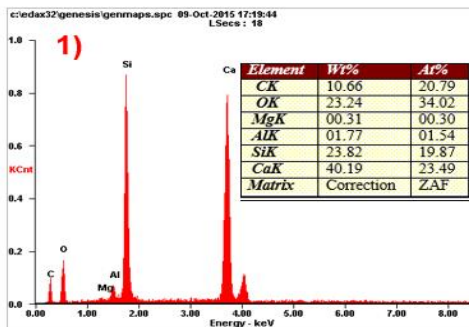
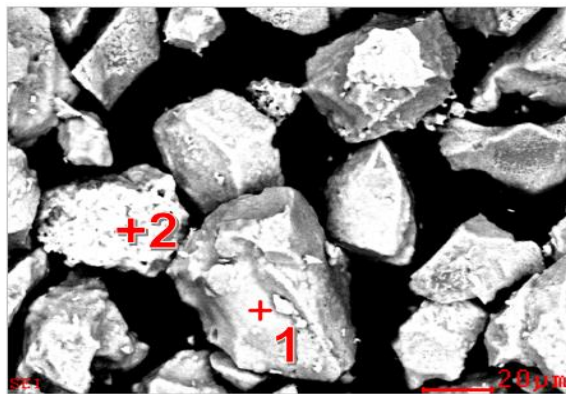
4) Mezclas: Refractario B / Na_2SiO_3

% Refractario	H ₂ O destilada (ml)	Silicato de sodio (ml)	Tiempo de Fraguado (min)	Tiempo de Trabajo (min)
100	38	19	96	25
	40	20	112,8	39
	42	21	133,8	54
	44	22	144	66

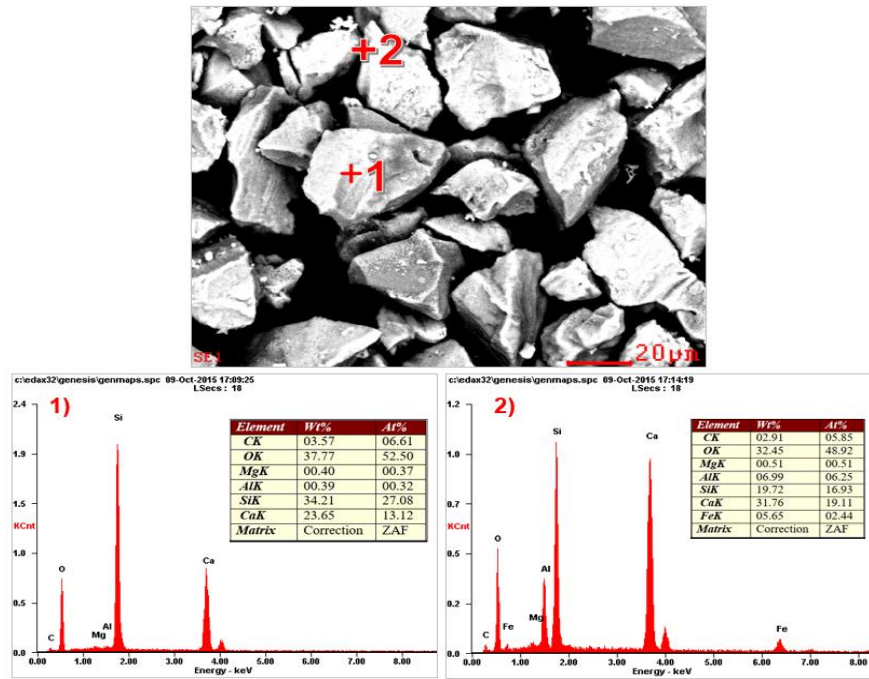
Anexo F. Resultados análisis de microscopía electrónica de barrido y Espectroscopia de energía dispersa para la mezcla de arena sílice y cal viva.



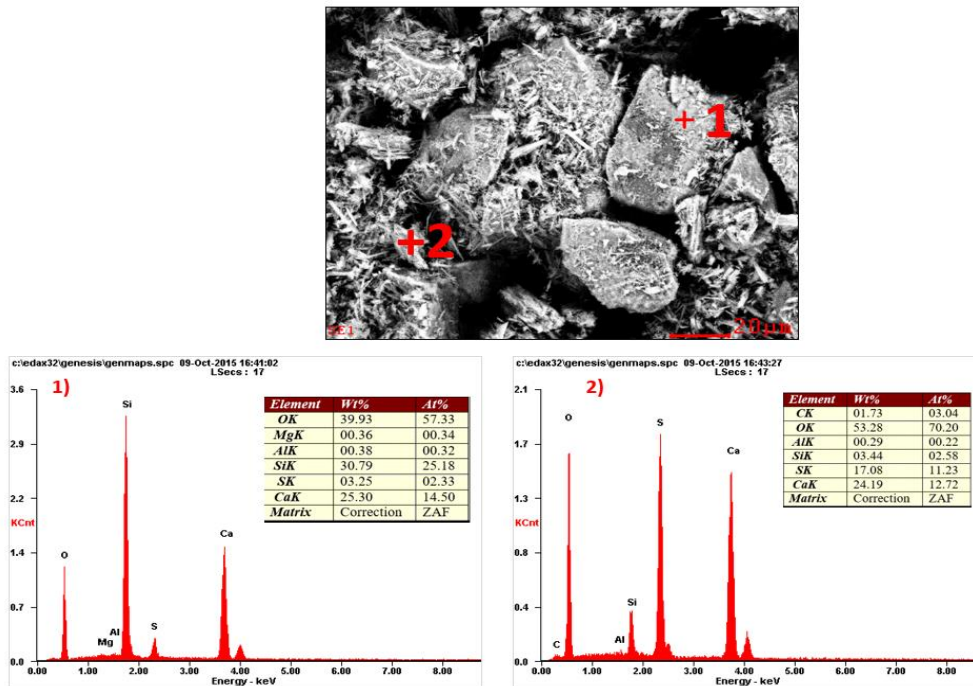
Anexo G. Resultados análisis de microscopía electrónica de barrido y Espectroscopia de energía dispersa para el refractario B.



Anexo H. Resultados análisis de microscopía electrónica de barrido y Espectroscopia de energía dispersa para el refractario A.



Anexo I . Resultados análisis de microscopía electrónica de barrido y Espectroscopia de energía dispersa para el revestimiento refractario A/Yeso 69/21, 50:100 ml/g.



Anexo J. Los valores de referencia de tiempo de trabajo y tiempo de fraguado mezcla comercial

Los valores de referencia de tiempo de trabajo y tiempo de fraguado comprendidos en los intervalos de 5 – 9,5 minutos y 18 - 90 minutos respectivamente, se establecieron por medio de pruebas con el revestimiento comercial y trabajo de laboratorio para realizar de manera práctica el proceso de microfundición.