

**DESARROLLO DE UN REVESTIMIENTO REFRACTARIO A PARTIR DE
ARENA SÍLICE NATURAL PARA EL PROCESO DE MICRO FUNDICIÓN CON
PRE ENGASTE DE ESMERALDAS COLOMBIANAS**

ANDRÉS FELIPE PINZÓN VEGA

JESÚS ALBERTO ROJAS LEÓN

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA
2015**

**DESARROLLO DE UN REVESTIMIENTO REFRACTARIO A PARTIR DE
ARENA SÍLICE NATURAL PARA EL PROCESO DE MICRO FUNDICIÓN CON
PRE ENGASTE DE ESMERALDAS COLOMBIANAS**

**ANDRÉS FELIPE PINZÓN VEGA
JESÚS ALBERTO ROJAS LEÓN**

**TRABAJO DE GRADO PARA OPTAR POR EL TÍTULO DE
INGENIERO METALÚRGICO**

**DIRECTORA:
ELCY MARÍA CÓRDOBA TUTA
Ingeniera Metalúrgica. PhD**

**CO-DIRECTORA:
CARLINA SOFÍA LONDOÑO MONTES
Ingeniera Metalúrgica**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA
2015**

DEDICATORIAS

... A mi padre, a mi madre y a mi abuela, pues por ellos estoy acá...

... A Sofía, pues por ella continuaré...

- Andrés Pinzón -

A mis abuelos, Jesús y Nelly, mis ejemplos a seguir, por su amor incondicional y por siempre creer en mí en este largo proceso.

A mi tía, Yolanda, por su acompañamiento y perseverancia, sin ella nunca lo hubiera logrado.

A mi madre, Claudia y a mis tíos, Edward y Armando, por siempre estar presentes y brindarme su ayuda siempre que los necesité.

- Jesús Alberto Rojas -

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Industrial de Santander por ser el lugar donde nuestras mentes tomaron forma.

A la doctora Elcy Maria Córdoba, por guiarnos a través de todo el desarrollo de este proyecto de investigación, por sus enseñanzas y su gran cantidad de ideas, que más de una vez le dieron luz a este proyecto.

A Carlina Margarita Sofía Londoño Montes, nuestra codirectora y amiga, por su inagotable paciencia, disponibilidad y capacidad de búsqueda de soluciones. Gracias Jefa.

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 "Innovación del método de gemas pre-engastadas en el proceso de microfundición, para su implementación en la joyería con esmeraldas colombianas" (Código Colciencias: 1102-502-27903, Código UIS: 9418).

A los técnicos, Mario Navarrete, Ambrosio Carrillo, Juan Domingo Carreño, Sergio Andrés Gonzales, Héctor Javier Gaitán y Oscar Martínez, por su disposición para ayudar y enseñar.

Al grupo de investigación GIMAT y el laboratorio de rayos X del parque tecnológico Guatiguará, por disponer sus instalaciones y equipos para la realización de este proyecto.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN.....	18
1. OBJETIVOS.....	21
1.1. OBJETIVO GENERAL.....	21
1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	21
2. MARCO TEÓRICO	22
2.1. MICRO FUNDICIÓN A LA CERA PERDIDA	22
2.2. PRE- ENGASTE DE GEMAS	23
2.3. ESMERALDAS COLOMBIANAS	24
2.4. REVESTIMIENTO REFRACTARIO	25

2.4.1. El yeso en el revestimiento..	26
2.4.2. Efecto de la cristobalita y el cuarzo en las propiedades del recubrimiento refractario ligado con yeso.....	28
2.5. POLIMORFISMO DE LA SÍLICE.....	28
3. MÉTODO EXPERIMENTAL.....	30
3.1. CARACTERIZACIÓN Y PREPARACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS.....	31
3.1.1. Caracterización de la materia prima refractaria.....	31
3.1.2. Preparación de la sílice: conminución y clasificación..	31
3.1.3. Caracterización del aglomerante (yeso).....	31
3.2. PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LAS PASTAS CERÁMICAS CON ARENA SÍLICE SIN CALCINAR	32
3.2.1. Preparación de las pastas.....	32

3.2.2. Determinación de tiempo de vertido.....	32
3.2.3. Determinación de tiempo de fraguado.	33
3.3. OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LOS REVESTIMIENTOS CON ARENA SÍLICE SIN CALCINAR	33
3.3.1. Conformación de los revestimientos.	33
3.3.2. Caracterización de las probetas cerámicas.....	34
3.4. CALCINACIÓN DE LA SÍLICE Y OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE REVESTIMIENTOS.....	35
3.5. PROCESO DE MICRO FUNDICIÓN	36
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	39
4.1. CARACTERIZACIÓN Y PREPARACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS.....	39
4.2. CARACTERIZACIÓN DE LAS PASTAS CERÁMICAS DE ARENA SÍLICE SIN CALCINAR/YESO.....	42

4.2.1. Tiempo de vertido..	42
4.2.2. Tiempo de fraguado.....	45
4.3. TRATAMIENTO TÉRMICO Y CARACTERIZACIÓN DE LOS REVESTIMIENTOS DE SÍLICE SIN CALCINAR	46
4.3.1. Tratamiento térmico	46
4.3.2. Permeabilidad.....	49
4.3.3. Resistencia a la compresión.	51
4.3.4. Resistencia al choque térmico.	53
4.4. CARACTERIZACIÓN DE LOS REVESTIMIENTOS DE SÍLICE CALCINADA/YESO	58
4.5. PROCESO DE MICROFUNDICIÓN	61
4.5.1. Microfundición de prototipos de anillos sin esmeraldas.....	61

4.5.2. Microfundición de prototipos de anillos con esmeraldas pre-engastadas...	67
5. CONCLUSIONES	72
6. RECOMENDACIONES	73
REFERENCIAS.....	74
BIBLIOGRAFÍA.....	76
ANEXOS.....	77

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1: Resultados difracción de rayos X de la materia prima.	40
Tabla 2: Resultados difracción de rayos X de la materia prima.	40
Tabla 3: Resultados difracción de rayos X para muestras del revestimiento antes (a) y después (b) del tratamiento térmico.....	49
Tabla 4: Comparación entre la resistencia a la compresión de probetas con y sin someter a choque térmico	57
Tabla 5: Análisis cristalográfico cuantitativo por difracción de rayos X de la sílice calcinada a 1300 °C por 10 horas.....	59

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1: Curvas DTA-TG para el revestimiento hidratado y ligado con yeso $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{SiO}_2$ (<i>gypsum bonded investment</i>). La medición se llevó a cabo a una velocidad de calentamiento de 50 °C/min (7).	27
Figura 2: Diagrama de flujo del método experimental usado.	30
Figura 3: Horno para micro fundición asistido por vacío.	37
Figura 4: Fotografía del árbol de Cera.	37
Figura 5: Análisis granulométrico de la arena sílice que se recibió.	39
Figura 6: Micrografía SEM de la materia prima molida 500x.	41
Figura 7: Mezclas ensayadas en Tiempo de Vertido.	43
Figura 8: Tiempo de Vertido para las relaciones sílice/yeso 70/30, 75/25 y 80/20.	43
Figura 9: Tiempo de vertido para las relaciones sílice/yeso 68/32, 72/28 y 78/22.	44
Figura 10: Mezclas seleccionadas y rechazadas en el ensayo de tiempo de vertido.	44
Figura 11: Resultados tiempo de Fraguado.	45
Figura 12: Mezclas seleccionadas y rechazadas en el ensayo de tiempo de Fraguado.	46
Figura 13: Resultados análisis de termo gravimetría TG y análisis térmico diferencial DSC.	47
Figura 14: Tratamiento térmico diseñado para todas las mezclas.	48

Figura 15: Resultados permeabilidad AFS.....	50
Figura 16: Resultados resistencia a la compresión.....	51
Figura 17: Resistencia a la Compresión Vs % de yeso en la mezcla, para mezclas con 50mL de agua por cada 100g de mezcla.	52
Figura 18: Mezclas seleccionadas y rechazadas luego de los ensayos de Resistencia a la Compresión y Permeabilidad.....	53
Figura 19: Fotografías de las probetas sometidas a 5 ciclos de tratamiento térmico a 700°C: A) 1 ciclo, B) y C) 2 ciclos, D) 3 ciclos, E) 4 ciclos, F) 5 ciclos.	54
Figura 20: Fotografías de probetas luego de: A) 1er ciclo choque térmico 500°C, B) 2do ciclo choque térmico a 500°C y C) 3er ciclo choque térmico a 500°C.....	55
Figura 21: Resultados Prueba de compresión a probetas sometidas a tres ciclos de choque térmico a 500°C.	56
Figura 22: Comparación entre la resistencia a la compresión de probetas con y sin someter a choque térmico para una cantidad de agua constante de 50 mL.	56
Figura 23: Corte longitudinal de una probeta luego de ser calcinada.....	59
Figura 24: Probetas de arena sílice calcinada luego de ser sometidas a tratamiento térmico.....	60
Figura 25: Análisis térmico de TG y DSC practicado a un revestimiento con sílice calcinada.	61
Figura 26: Mezclas seleccionadas y rechazadas usando el parámetro de mínimo 50 PSI de resistencia a la compresión.....	62
Figura 27: Micrografía SEM, electrones retro dispersados mezcla 68/32 1000x.	63
Figura 28: Micrografía SEM, electrones retro dispersados mezcla 70/30 1000x.	63
Figura 29: Micrografía SEM, electrones retro dispersados mezcla 72/28 1000x.	64
Figura 30: Fundición de aleación Al-Zn con revestimiento refractario 68/32 y 50 ml de agua por 100 g de polvo.	65

- Figura 31:** Fundición de aleación Al-Zn con revestimiento refractario de 70/30 y 50 ml de agua por 100 g de polvo65
- Figura 32:** Fundición de aleación Al-Zn con revestimiento refractario 72/28 y 50 ml de agua por 100 g de polvo.66
- Figura 33:** Reconstrucción 3D de la platina fabricada con la mezcla 68/32.....66
- Figura 34:** Anillos obtenidos por microfundición a la cera perdida con esmeraldas pre engastadas en aleación de Al- Zn.68
- Figura 35:** Anillos obtenidos por microfundición a la cera perdida con esmeraldas pre engastadas en aleación de Ag- Cu.....68
- Figura 36:** *Esmeralda 86 Tipo III*, usada en la fundición con aleación Al-Zn (600°C) y sin recubrimiento de circonita. A) Antes de la colada, cara frontal B) Antes de la colada, cara posterior C) Después de la colada, cara frontal.69
- Figura 37:** *Esmeralda 78 Tipo III*, usada en la fundición con aleación Al-Zn (600°C) y con recubrimiento de circonita. A) Antes de la colada, cara frontal B) Antes de la colada, cara posterior C) Después de la colada, cara frontal.69
- Figura 38:** *Esmeralda 77 Tipo III*, usada en la fundición con aleación Ag-Cu (970°C) y sin recubrimiento de circonita. A) Antes de la colada, cara frontal B) Antes de la colada, cara posterior C) Después de la colada, cara frontal.70
- Figura 39:** *Esmeralda 87 Tipo III*, usada en la fundición con aleación Ag-Cu (970°C) y con recubrimiento de circonita. A) Antes de la colada, cara frontal B) Antes de la colada, cara posterior C) Después de la colada, cara frontal.70

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
Anexo A. 1: Molino de Bolas JOY.....	77
Anexo A. 2: Batidora usada para preparación de barbotinas, marca Oster.....	78
Anexo A. 3: Aguja de Vicat de 1mm de diámetro y 300 gr de peso.	78
Anexo A. 4: Permeámetro Dieter AFS.	79
Anexo A. 5: Maquina de compresión de arenas.	79
Anexo B. 1: Diagrama de equilibrio de fases aleación 50% Ag - 50% Cu.	80
Anexo B. 2: Diagrama de equilibrio de fases aleación 75% Zn - 25% Al.....	81
Anexo C. 1: Difractograma del revestimiento 68/32 luego de ser sometido a tratamiento térmico.....	82

RESUMEN

TITULO: DESARROLLO DE UN REVESTIMIENTO REFRACTARIO A PARTIR DE ARENA SÍLICE NATURAL PARA EL PROCESO DE MICRO FUNDICIÓN CON PRE ENGASTE DE ESMERALDAS COLOMBIANAS*

AUTOR: JESÚS ALBERTO ROJAS LEÓN, ANDRES FELIPE PINZÓN VEGA**

PALABRAS CLAVE: Micro fundición, esmeralda, pre-engaste de gemas, cera perdida, refractario, sílice, yeso.

DESCRIPCIÓN: El presente trabajo investigativo tuvo como propósito la fabricación de un revestimiento refractario a partir de sílice natural para su uso en microfundición a la cera perdida con pre engaste de esmeraldas. Para dar cumplimiento a este objetivo, se planteó una investigación de las propiedades aportadas por el revestimiento en función de su relación arena/aglomerante y arena-calcinada/aglomerante, variando a su vez la cantidad de agua en las barbotinas. Por medio de ensayos de fluorescencia y difracción de rayos X, pruebas de tiempo de vertido y fraguado de barbotinas, pruebas de permeabilidad, resistencia a la compresión y resistencia al choque térmico de los revestimientos, se seleccionaron las mezclas adecuadas para el proceso. El tratamiento térmico usado para la fabricación de los revestimientos, se diseñó con el objetivo de generar las condiciones necesarias para que las esmeraldas pudieran ser incluidas al proceso. Posteriormente, se realizaron pruebas de fundición a nivel de laboratorio con las mezclas seleccionadas, finalizando con una caracterización de los revestimientos y las piezas obtenidas por medio de microscopía óptica y electrónica de barrido (SEM). Los resultados indicaron que la mezcla con relación arena/aglomerante de 68/32 y una cantidad de agua de 50mL por cada 100g de polvo y tratada térmicamente a una temperatura máxima de 350°C, proporcionaba las piezas fundidas con mejores características. Este revestimiento demostró ser apto para el proceso de microfundición a nivel de laboratorio para temperaturas de colada del metal de 600°C y 970°C, sin embargo a ambas temperaturas las esmeraldas sufrieron daños, siendo estos más notorios a la temperatura más alta.

* Trabajo de grado.

** Facultad de Ingenierías Físico-Mecánicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica. Directora: Elcy María Córdoba Tuta. Co-Directora: Carlina Sofía Londoño Montes.

ABSTRACT

TITLE: DEVELOPMENT OF A NATURAL SILICA REFRACTORY INVESTMENT FOR ITS USE IN EMERALDS IN PLACE MICROCASTING*

AUTHOR: JESÚS ALBERTO ROJAS LEÓN, ANDRES FELIPE PINZÓN VEGA**

KEY WORDS: Microcasting, emeralds, stones in place, lost wax, refractory, investment, silica, plaster.

DESCRIPTION: This research had as a primary intention the manufacturing of a refractory investment base on natural silica for its use in lost wax microcasting with emeralds in place. To achieve this purpose, the proprieties given by the investment regarding the relations between silica/ binder and fired silica/ binder changing the amount of water in the barbotine were studied. The selection of the more appropriate mixes was made based on x ray diffraction and florescence analysis, pour and set time examinations for the barbotine, permeability, strength and thermal shock resistance tests for the refractory investments. The heat treatment used in the production of the investment was designed in order to guarantee conditions in which emeralds could be included in the process. Following, foundry laboratory- level tests with selected mixes were carried out ending with the refractory investments and cast pieces characterization using electronic (SEM) and optic microscopy. The results shown that the 68/32 silica/plaster with 50% of water investment heat treated until 350°C allowed to cast the best qualities pieces. This investment probe to fit the laboratory-level microcasting process for cast temperatures between 600 and 970 °C; However, the emeralds were damaged at both of this temperatures, being the damages more drastic the higher temperatures.

* Degree Work.

** Faculty of Physical-Mechanical Engineering. School of Metallurgical Engineering. Directora: Elcy María Córdoba Tuta. Co-Directora: Carlina Sofía Londoño Montes.

INTRODUCCIÓN

Las esmeraldas colombianas ocupan una posición prioritaria en el mercado de las piedras preciosas, debido a la historia muy antigua de su comercialización, los grandes volúmenes de material extraído y la calidad promedio elevada en comparación con los cristales de otros yacimientos. Por esta razón, resulta importante para la industria joyera colombiana, innovar, modificar y optimizar el proceso de microfundición a la cera perdida con pre-engaste de esmeraldas. Lo anterior, con el objetivo de mejorar el tiempo y los costos de producción.

El gran inconveniente al momento de incluir esmeraldas en este proceso radica en que a temperaturas superiores a 350°C pierden las características que la hacen una piedra preciosa, por ejemplo, color, durabilidad e integridad física. El proceso de microfundición sobrepasa dicho límite de temperatura durante el tratamiento térmico aplicado al revestimiento refractario y durante la colada del metal. Actualmente los revestimientos disponibles comercialmente necesitan ser tratados a temperaturas de hasta 650°C lo cual imposibilita su uso con esmeraldas.

Teniendo en cuenta lo anterior, la presente investigación aborda la problemática planteada desde el desarrollo de un nuevo revestimiento refractario a partir de arena sílice natural y yeso, cuya fabricación no perjudique la integridad de la esmeralda y garantice las condiciones necesarias para el proceso de microfundición.

1. OBJETIVOS

1.1. OBJETIVO GENERAL

Desarrollar un revestimiento refractario para el proceso de micro fundición con pre engaste de esmeraldas colombianas usando como material refractario arena sílice natural de Zipaquirá.

1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Desarrollar revestimientos refractarios a partir de la arena sílice natural bajo diferentes condiciones de temperatura de calcinación de la arena y relación refractario/aglomerante.
- Analizar el efecto de las variables de estudio en las características físico-mecánicas y térmicas del molde refractario.
- Evaluar el comportamiento del revestimiento refractario desarrollado durante su uso en el proceso de pre-engaste de esmeraldas colombianas mediante microfundición a la cera perdida.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. MICRO FUNDICIÓN A LA CERA PERDIDA

La fundición con ayuda de modelos de cera o a la cera perdida es un proceso utilizado para fabricar replicas precisas de un objeto usando metal fundido (1). El procedimiento consta de 6 pasos principales que lo hacen posible (2).

- Fabricación del modelo de cera
- Adición del sistema de colada (fabricación del árbol de cera)
- Revestimiento del modelo (revestimiento refractario)
- Evacuación de la cera
- La fundición
- Desmoldeo y finalización de la pieza

El proceso comienza con el modelado en cera del objeto que se quiere replicar o fabricar, generalmente este modelo es fabricado de cera de origen animal, vegetal o proveniente de la industria del petróleo. A continuación se agregan al modelo los canales de cera, llamados también ataques y que a su vez forman parte del sistema de colada, el cual más adelante será la cavidad a través de la cual entrará el metal al molde.

Una vez obtenido el objeto modelado en cera junto con su sistema de colada, este es cubierto con un revestimiento refractario (en inglés *investment*) que se encarga de hacer un negativo en tres dimensiones del modelo de cera. El revestimiento refractario o molde refractario está compuesto de un elemento refractario y un ligante.

Luego de cubrir el modelo de cera con el revestimiento refractario y de su solidificación, se continúa con la aplicación de un tratamiento térmico. Los objetivos

de dicho tratamiento térmico son: a) fundir la cera para lograr su completa expulsión y así lograr la cavidad que posteriormente va a ser llenada con metal líquido, b) el secado del refractario y c) el endurecimiento y homogenización del molde.

Posteriormente el molde se retira del horno de tratamiento térmico cuando aún está a alta temperatura y se procede al vertido del metal líquido dentro de la cavidad dejada por la cera.

Para hacer posible el llenado total del molde es necesaria una fuerza que empuje el metal por todas las cavidades de este. Las técnicas para lograr el correcto vertido del metal fundido son: a) fundición centrifugada, en donde se deposita el metal líquido en un molde de revolución que gira a gran velocidad lo que permite que el metal llene todas las cavidades del molde, b) fundición asistida por vacío, en la cual se usa una bomba de vacío para expulsar los gases desde el fondo del molde y así facilitar el llenado completo de este y c) fundición por gravedad, en la que el colado del metal fundido se produce por su propio peso.

Por último, una vez el metal haya solidificado, se rompe el molde refractario para extraer la pieza metálica, se remueven los canales de llenado y se pule la pieza para la eliminación de pequeñas imperfecciones.

2.2. PRE- ENGASTE DE GEMAS

El engastado, el cual es considerado un arte, es el procedimiento que permite sujetar la piedra preciosa sobre una montura metálica, de modo que se realce la belleza de ambos elementos, que en definitiva constituyen la pieza de joyería. Cada piedra preciosa tiene un color, tamaño, forma, talla, pureza y dureza características, por lo tanto, existen diversas técnicas de engaste; estas técnicas también varían de acuerdo a las herramientas disponibles, habilidad del encargado del engaste y el tipo de joya que se quiere llegar a obtener (3).

Así, el pre-engaste consiste básicamente en engastar la piedra preciosa en el modelo de cera, de tal forma que esta esté en posición cuando se vierta el metal líquido y así obtener una pieza de joyería con la piedra preciosa en su lugar.

La facilidad de engastar las piedras en la cera sin causarles ningún daño durante el engaste permite ahorros en los costos laborales. Sin embargo, este proceso también implica los riesgos de grandes pérdidas de piedras preciosas si el proceso entero de fundición no se sigue de manera meticulosa. Un ejemplo de esto, es el hecho de que las piedras deben soportar las condiciones de alta temperatura generadas durante el tratamiento térmico del molde y la colada del metal líquido, lo que limita la aplicación de este procedimiento a unas pocas gemas naturales. (4)

2.3. ESMERALDAS COLOMBIANAS

La esmeralda no es una especie mineral, sino una variedad del mineral berilo ($\text{Be}_3\text{Al}_2\text{Si}_6\text{O}_{18}$), un ciclosilicato de aluminio y berilio. La esmeralda es la variedad más rara y más valiosa del berilo. El mineral berilo químicamente puro es incoloro y la esmeralda debe su color verde a las pequeñas (normalmente, inferiores a 1% en peso) mezcla de Cr^{3+} o V^{3+} que sustituyen los átomos de Al en el berilo. (5)

En la actualidad el valor total de las esmeraldas talladas colombianas iguala o supera el valor de las esmeraldas de otros yacimientos mundiales. Las esmeraldas colombianas (igual que los rubíes de Birmania) ocupan una posición prioritaria en el mercado, debido a la historia muy antigua de su comercialización, los grandes volúmenes de material extraído y la calidad promedia elevada, en comparación con los cristales de otros yacimientos. Así, por ejemplo, en los años 90 del siglo pasado los numerosos yacimientos de Brasil produjeron cinco veces más esmeraldas que Colombia en peso total bruto, mientras que las piedras talladas de todo este material sólo representaban un 15% del mercado mundial de esmeraldas. (5)

El rango estimado de las condiciones presión-temperatura para la depositación de esmeraldas en Colombia oscila entre 290 - 350°C y 1100 bar respectivamente y la temperatura de formación de las inclusiones se estima ente 300 - 350°C y 1300 – 1500 bar. Así, las esmeraldas naturales colombianas sufren modificaciones en sus

propiedades ópticas y puede verse comprometida la integridad de sus inclusiones o inclusive su integridad como piedra preciosa cuando son expuestas a temperaturas que sobrepasen los rangos antes mencionados. (5)

2.4. REVESTIMIENTO REFRACTARIO

Tal como se mencionó en el apartado 2.1 Micro fundición a la cera perdida, el revestimiento refractario o *investment* es el que se encarga de hacer una réplica o molde del modelo de cera.

Los revestimientos refractarios usados actualmente para el proceso de fundición a la cera pérdida con pre engaste de piedras preciosas están dirigidos principalmente a su uso en joyería con diamantes, ya que es una de las pocas piedras preciosas que soporta las condiciones de alta temperatura del proceso.

Para que el proceso de fabricación se desarrolle adecuadamente y así obtener piezas de excelente calidad, el revestimiento refractario debe cumplir con las siguientes condiciones básicas:

- Propiedades físicas adecuadas (resistencia a la compresión)
- Propiedades térmicas adecuadas (estabilidad térmica-dimensional, resistencia al choque térmico, etc.)
- Capacidad de reproducción de detalles
- Generar un excelente acabado superficial en las piezas coladas
- Fácil desmoldeo
- Suficiente porosidad para la evacuación de los gases
- No ser inflamable

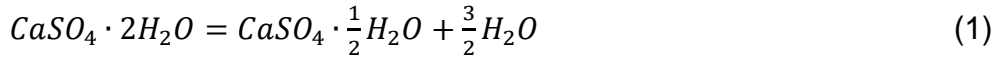
Generalmente los revestimientos disponibles de manera comercial tienen una composición de 40% de cristobalita, 31% de cuarzo, 27% de yeso y 2% aditivos de control. (6)

Las propiedades físicas del revestimiento dependen de su resistencia a la compresión, distribución de tamaño de partícula y del coeficiente de expansión térmica de los materiales que lo componen, además, tanto las propiedades físicas como térmicas están influenciadas por la relación de composición de los materiales refractarios, en este caso cuarzo y cristobalita. (6)

El material ligante o aglomerante es el yeso y tiene como característica principal su capacidad de reproducción de detalles y brindar un excelente acabado superficial a la joya, pero debido a que se contrae durante su deshidratación puede afectar la estabilidad dimensional del molde; la cristobalita y el cuarzo en una acción conjunta, le proporcionan la resistencia mecánica adecuada al molde y compensan la contracción del yeso con su expansión volumétrica durante el proceso de calentamiento (tratamiento térmico), consiguiendo de esta forma la estabilidad dimensional requerida en el proceso (6). Por último, los aditivos de control aumentan las propiedades proporcionadas por los demás componentes y en determinados casos aportan a la mezcla propiedades específicas, por ejemplo, en el pre engaste de diamantes el aditivo principal es el ácido bórico al 2% en peso, el cual formará una fase vítrea que evitará que la gema se quemé o pierda sus propiedades ópticas cuando entre en contacto con la atmósfera oxidante presente al momento de la colada del metal fundido. (4)

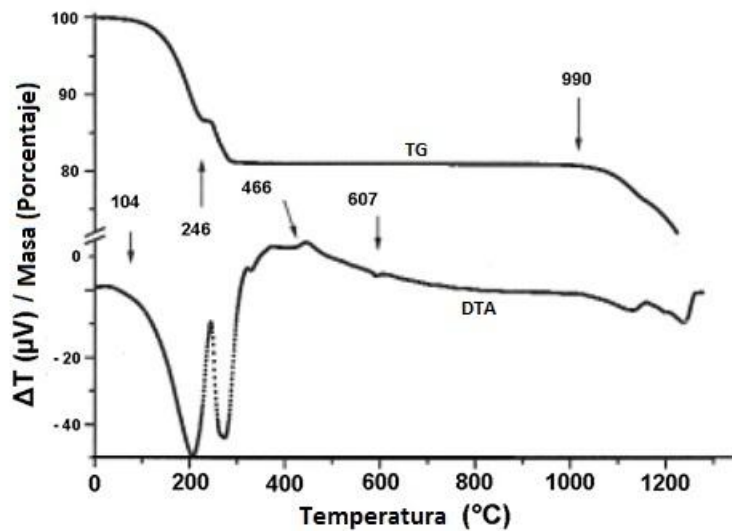
2.4.1. El yeso en el revestimiento. Debido al importante papel que cumple el yeso ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) es necesario controlar ciertas variables para garantizar su correcto funcionamiento dentro del revestimiento.

En la **Figura 1** se muestran los diferentes cambios físicos y químicos ocurridos en el revestimiento durante el calentamiento, en ella podemos observar que el yeso presente en el revestimiento sufre una deshidratación de dos etapas representadas por las siguientes reacciones 1 y 2:



La primera etapa de deshidratación (reacción 1) comienza a 104°C y en ella el yeso pierde parte de su agua de constitución, dicha reacción se evidencia con un pico endotérmico alrededor de los 200°C en la curva DTA, este cambio produce una contracción que no genera dificultades si el calentamiento se realiza de una manera lenta. Por otro lado, la segunda deshidratación (reacción 2), evidenciada por el pico endotérmico ubicado a 280°C en la curva DTA, comienza a aproximadamente a los 240°C y en esta el agua de constitución restante se separa en forma de vapor y genera gases que al quedar atrapados en la mezcla aumentan su porosidad y le restan al yeso su buena copiabilidad, afectando así el acabado superficial de las piezas fundidas. (7)

Figura 1: Curvas DTA-TG para el revestimiento hidratado y ligado con yeso $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{SiO}_2$ (*gypsum bonded investment*). La medición se llevó a cabo a una velocidad de calentamiento de 50 °C/min (7).



2.4.2. Efecto de la cristobalita y el cuarzo en las propiedades del recubrimiento refractario ligado con yeso. Como se mencionó anteriormente la cristobalita y el cuarzo en acción conjunta cumplen dos funciones principales: aportar resistencia mecánica adecuada al revestimiento y compensar la contracción del yeso, de este modo, son responsables en gran medida de las características finales del revestimiento.

Kim Yun-Jong y colaboradores, en su investigación sobre el efecto de la cristobalita y el cuarzo en las propiedades de los revestimientos ligados con yeso (2008), determinaron que la expansión de la cristobalita por encima de los 250°C es la encargada de compensar la contracción del yeso y que al aumentar la proporción de cuarzo el revestimiento muestra mejor resistencia a la compresión. Adicionalmente, definieron que la composición en peso 42% Cristobalita, 22% cuarzo, 28% Yeso y 8% aditivos de control es la relación óptima de composición del refractario, ya que presenta estabilidad térmica por encima de los 300°C y cumple con los requerimientos de resistencia a la compresión señalados por los autores (24,57 kgf/cm² de acuerdo a la Korean Food and Dental Association). (6)

2.5. POLIMORFISMO DE LA SÍLICE

La sílice tiene tres formas cristalinas características a presión atmosférica: cuarzo, cristobalita y tridimita. Los rangos de estabilidad de estas formas han sido objeto de gran cantidad de investigaciones, los resultados más recientes y posiblemente uno de los más citados son los producidos por Fanner (8) en donde define los rangos de estabilidad de la siguiente manera:



Aunque este modelo ha servido de guía durante una gran cantidad de años, S. J. Stevens y colaboradores en estudios más profundos, han demostrado que debido a que la cristobalita y la tridimita tienen estructuras más abiertas en comparación con el cuarzo, hay presencia de espacios en la estructura que son suficientemente grandes para que allí se acomoden átomos como los de sodio, potasio y calcio. Estos átomos pueden ayudar a estabilizar dichas estructuras (cristobalita y tridimita)

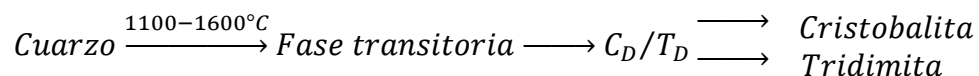
y algunos autores han sugerido que la tridimita no puede existir sin estos átomos estabilizantes (mineralizadores). (9)

En el informe, Stevens también señala que la tridimita de origen natural no es una fase estable en el sistema de la sílice pura, además, incluso con la adición del mineralizante, la tridimita nunca nuclea a partir del cuarzo, primero se formará cristobalita antes de cualquier clase de tridimita (9). Un modelo más adecuado para las transformaciones de la sílice pura sería:



Donde la fase transitoria equivale a una fase en la cual los cristales de cuarzo se rompen antes de formarse la cristobalita, esto explicaría también la gran cantidad de tiempo necesario, de hasta 15 horas de calcinación a 1700°C, para que ocurra la transformación. (9)

Por otro lado, si se usa carbonato de sodio o carbonato de potasio como agente mineralizador, la tridimita puede ser formada y la relación de estabilidad del sistema pasa a ser:

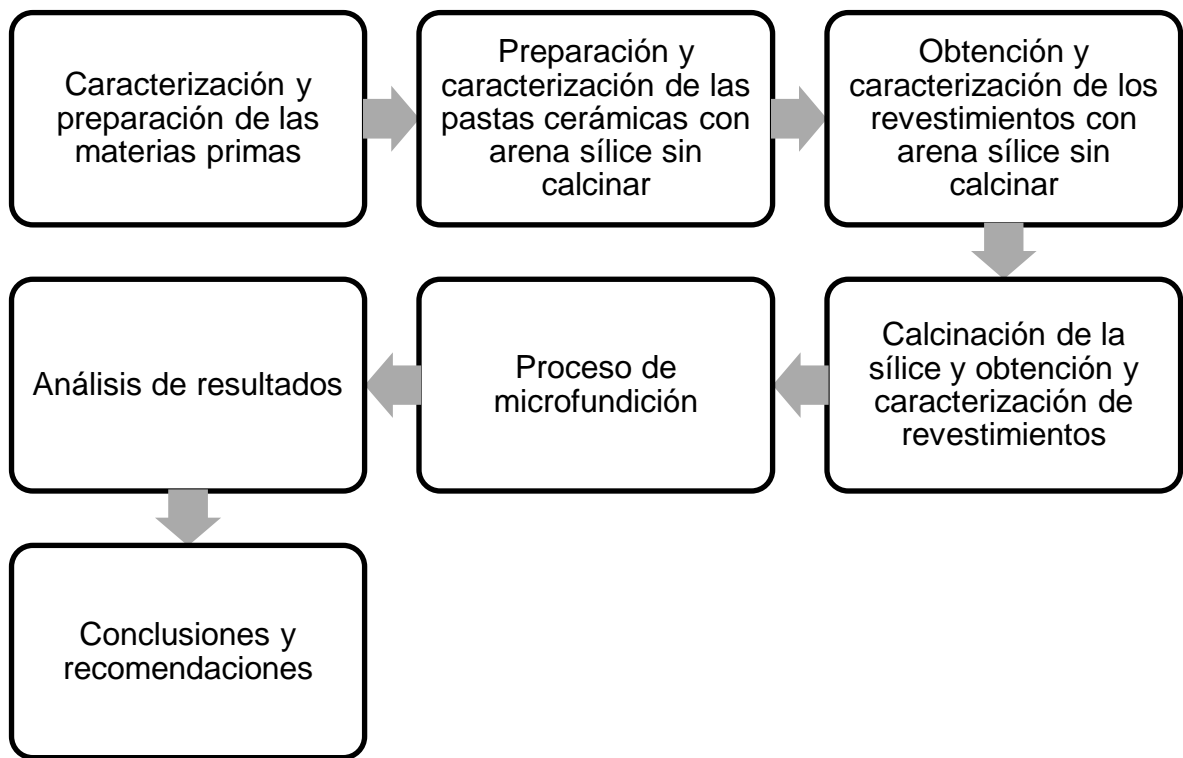


Donde C_D/T_D se refieren a formas estructuralmente desordenadas de cristobalita y tridimita generadas cuando se forma cristobalita a bajas temperaturas (1100 a 1300°C). (9)

3. MÉTODO EXPERIMENTAL

En la **Figura 2** se presenta de forma resumida el método experimental usado durante la investigación y a continuación se desglosan cada uno de los procedimientos.

Figura 2: Diagrama de flujo del método experimental usado.



3.1. CARACTERIZACIÓN Y PREPARACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS

3.1.1. Caracterización de la materia prima refractaria. Para el presente proyecto, se utilizó como materia prima refractaria arena sílice natural, proveniente del municipio de Zipaquirá. Para su caracterización, inicialmente se realizó un análisis granulométrico por el método de tamizaje, para lo cual se emplearon las mallas números: 35, 50, 100, 140 y 200, con el fin de determinar la necesidad o no de moler tal materia prima.

También se realizaron análisis de difracción y fluorescencia de rayos x, con el objetivo de identificar las fases presentes en la materia prima y su composición elemental respectivamente.

Para finalizar el proceso de caracterización de la materia prima, esta se analizó por microscopía electrónica de barrido (SEM) junto con EDS, para identificar la geometría y la composición elemental de las partículas observadas.

3.1.2. Preparación de la Sílice: conminución y clasificación. La caracterización granulométrica de la materia prima mostró que su tamaño de partícula era muy elevado (d80 de 245 μm); por esta razón se molió el material durante 7 horas en un molino de bolas marca JOY (**Anexo A. 1**). Se usó una carga promedio de 20 kg de material y 100 cuerpos moledores de aproximadamente 4 cm de diámetro.

Luego del proceso de molienda se continuó con el tamizaje y selección del material; se usó una malla número 200 y se consiguió que el 95% del material molido se redujera a pasante 200, equivalente a una granulometría menor a 75 μm .

3.1.3. Caracterización del aglomerante (yeso). Como material aglomerante en el revestimiento refractario se utilizó yeso piedra Hidrocal 106 XB tipo III blanco, el cual se caracterizó mediante análisis de difracción y fluorescencia de rayos x, con el objetivo de identificar las fases presentes y su composición elemental respectivamente.

3.2. PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LAS PASTAS CERÁMICAS CON ARENA SÍLICE SIN CALCINAR

3.2.1. Preparación de las pastas. Se inició la experimentación usando relaciones refractario/aglomerante cercanas a la de la mezcla comercialmente usada (73 a 75% de refractario y 25 a 27% de yeso), debido a que su composición es de origen similar a la materia prima que se utilizó en esta investigación. De esta manera, las mezclas iniciales se prepararon con las relaciones refractario/aglomerante: 70/30, 75/25 y 80/20. Posteriormente, con la intención de hacer un análisis más profundo al comportamiento reológico de las mezclas, se disminuyó el paso de la relación refractario/aglomerante y se ensayaron 3 nuevas relaciones: 68/32, 72/28 y 78/22.

Así mismo, cada una de las relaciones refractario/aglomerante fue ensayada variando la cantidad de agua entre 40 y 70mL por cada 100 g de mezcla refractaria. En aras de garantizar la repetibilidad de los resultados, las mezclas se prepararon bajo las siguientes condiciones:

- Para el mezclado y homogenización de las barbotinas (suspensión cerámica) se usó siempre la misma batidora (**Anexo A. 2**), una velocidad de mezclado de 670 rpm y un tiempo de mezclado de 45 segundos, tiempo determinado de manera cualitativa en el cual se consideró que la mezcla estaba completamente homogénea.
- Se usaron barbotinas de igual peso, independientemente de la relación polvo/agua ensayada.
- Recipientes de vertido de igual dimensión y volumen.

3.2.2. Determinación de Tiempo de Vertido. El tiempo de vertido es el tiempo durante el cual la barbotina se puede transvasar. Es decir, el tiempo durante el cual la mezcla tiene la suficiente fluidez para ser manipulada y vertida de un recipiente a otro (durante este tiempo el fraguado no ha iniciado).

El ensayo de tiempo de vertido consistió en mezclar homogéneamente el polvo (refractario y aglomerante) con agua destilada para obtener la barbotina, transvasarla a un recipiente y cada 15 segundos verter el contenido en otro recipiente idéntico hasta que la mezcla no saliera debido a su alta viscosidad, el último valor de tiempo en el cual la mezcla tuvo la fluidez suficiente para salir del vaso se tomó como el tiempo de vertido de la mezcla. (10)

El tiempo de vertido es muy similar al tiempo de trabajo, pero hay una diferencia sutil. El tiempo de trabajo es el tiempo que transcurre desde que el polvo (formado por yeso y sílice) es agregado al agua hasta que el fabricante del revestimiento considera que la mezcla es demasiado viscosa para ser trabajada o manipulada. Es fácil entender cómo el tiempo de trabajo dependerá de la preferencia del usuario y la aplicación. (11)

3.2.3. Determinación de Tiempo de fraguado. Para este ensayo se usó el método de la aguja de Vicat (**Anexo A. 3**), siguiendo el procedimiento descrito en el numeral 10 de la norma ASTM C472-99. De manera general, el método consiste en medir el tiempo que tarda el revestimiento en endurecerse lo suficiente para que la aguja de Vicat no lo penetre más de 1 mm. (12).

3.3. OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LOS REVESTIMIENTOS CON ARENA SÍLICE SIN CALCINAR

3.3.1. Conformación de los revestimientos. Previo a los ensayos de permeabilidad y resistencia a la compresión, fue necesario determinar el tratamiento térmico adecuado para el secado del refractario, su endurecimiento y homogenización térmica. Para esto, se le realizó análisis de termo gravimetría TG y análisis térmico diferencial DSC a tres de las mezclas seleccionadas en la prueba de tiempo de fraguado.

Posteriormente, se realizaron análisis de difracción de rayos x a probetas antes y después del tratamiento térmico diseñado, con el objetivo de verificar la influencia de dicho tratamiento en el refractario obtenido.

3.3.2. Caracterización de las probetas cerámicas.

3.3.2.1 Permeabilidad. La permeabilidad de las probetas se midió utilizando un permeámetro Dieter (Anexo A. 4), el cual emplea probetas cilíndricas de ensayos AFS (American Foundry Society) con diámetro y altura de 2 pulgadas. Previo a la realización del ensayo, el permeámetro fue calibrado usando patrones AFS con una permeabilidad constante y conocida.

La permeabilidad es la capacidad de un material de ser atravesado por un flujo sin alterar su estructura interna, esto la hace una propiedad fundamental en micro fundición debido a que es necesario que los revestimientos evacuen los gases correctamente y así evitar defectos en las piezas finales.

3.3.2.2 Resistencia a la Compresión. Paralelamente al ensayo de permeabilidad, se midió la resistencia a la compresión en seco utilizando una maquina universal de ensayos AFS para arenas de moldeo (**Anexo A. 5**) y se emplearon probetas con la geometría descrita en el apartado 3.3.2 .

3.3.2.3 Permeabilidad. La máquina usada para el ensayo proporcionó los esfuerzos necesarios para hacer una medición correcta de la resistencia última a la rotura de cada una de las probetas.

El valor de resistencia a la compresión indicará las mezclas que tendrán mejores capacidades para soportar los esfuerzos ejercidos por el metal durante la colada y los esfuerzos durante el proceso de manufactura, además de ser un parámetro influyente en el desmoldeo luego del proceso de micro fundición.

3.3.2.4 Resistencia al choque térmico. Para medir la resistencia al choque térmico se realizó una adaptación de la norma ASTM C1171, en la cual se mide la resistencia de una forma cuantitativa al analizar la disminución de la resistencia a la compresión luego de determinados ciclos de exposición del molde a determinados gradientes de temperatura, esto para conocer la resistencia que tendrán las probetas una vez entren en contacto con el metal líquido. (13)

Se tomó como un ciclo de calentamiento-enfriamiento lo equivalente a que la probeta pase 13 minutos en el horno a alta temperatura y 13 minutos a temperatura ambiente, se realizaron 3 pruebas diferentes, la primera constó de 5 ciclos a 700°C, la segunda de 5 ciclos a 500°C y por ultimo 3 ciclos a 500 °C.

3.4. CALCINACIÓN DE LA SÍLICE Y OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE REVESTIMIENTOS

Con el objetivo de obtener una combinación entre las diferentes formas estables de la sílice a presión atmosférica (cuarzo, cristobalita y tridimita), se calcinó la arena sílice a 1300°C por 10 horas con una tasa de calentamiento constante de 5 °C/min. Para facilitar y hacer más eficiente la calcinación la arena se conformó en probetas cilíndricas de 5 cm de diámetro y 6 cm de altura usando agua como aglomerante y se adicionó 1% en peso de bicarbonato de sodio para que actuara como mineralizante, favoreciendo la transformación del cuarzo. (9)

Luego de obtener la sílice calcinada, esta se utilizó como una nueva materia prima refractaria, con la cual se realizaron cada uno de los ensayos antes mencionados: tiempo de vertido y fraguado de las barbotinas, resistencia a la compresión, resistencia al choque térmico y permeabilidad de los revestimientos, con el objetivo de comparar los resultados con los obtenidos para la sílice sin calcinar.

3.5. PROCESO DE MICRO FUNDICIÓN

Luego de analizar los resultados obtenidos de los ensayos aplicados a las mezclas, se seleccionaron aquellas que reunían las características necesarias para continuar con la fase de micro fundición.

En el proceso de micro fundición se empleó un horno que utiliza vacío para facilitar el colado del metal (**Figura 3**). El proceso inicia con la fabricación de los anillos o prototipos de cera, para esto se usa un inyector con control de temperatura que introduce la cera a un molde fabricado en resina con la forma del anillo (cauchos). Posteriormente estos anillos se unen a un tallo de cera para obtener el denominado árbol de cera (

Figura 4). Junto con los prototipos de los anillos se incluyó un modelo en forma de platina, con el fin de analizar en el microscopio la calidad (rugosidad) de la superficie de la pieza fundida.

Paralelamente se fabricó la barbotina del revestimiento deseado, la cual es una combinación de agua, yeso y sílice en determinadas proporciones, una vez la barbotina está debidamente mezclada y homogenizada en la batidora, se vierte a un recipiente y se introduce a la campana de vacío, se aplica vacío durante 1/3 del tiempo de vertido de la mezcla.

Figura 3: Horno para micro fundición asistido por vacío.



Figura 4: Fotografía del árbol de Cera.



Posterior al vacío, la barbotina se vierte en el cilindro metálico de la máquina de microfundición, en el cual se ha dispuesto el árbol de cera y de nuevo se le aplica vacío por 1/3 del tiempo de vertido de la mezcla. El cilindro con el revestimiento y la cera contenidos, se deja a temperatura ambiente durante el tiempo de fraguado

(determinado con el método de la aguja de Vicat) más 1 hora adicional, lo anterior para que finalice su proceso de endurecimiento y adquiera su máximo valor de resistencia.

Una vez el revestimiento adquiere toda su resistencia se introduce en una mufla para aplicarle el tratamiento térmico que consiste en, eliminación del agua de constitución, eliminación de la cera y homogenización térmica del revestimiento.

Para finalizar, inmediatamente el tratamiento térmico haya terminado, se traslada el revestimiento refractario, aún caliente, al horno de micro fundición donde se verterá el metal líquido.

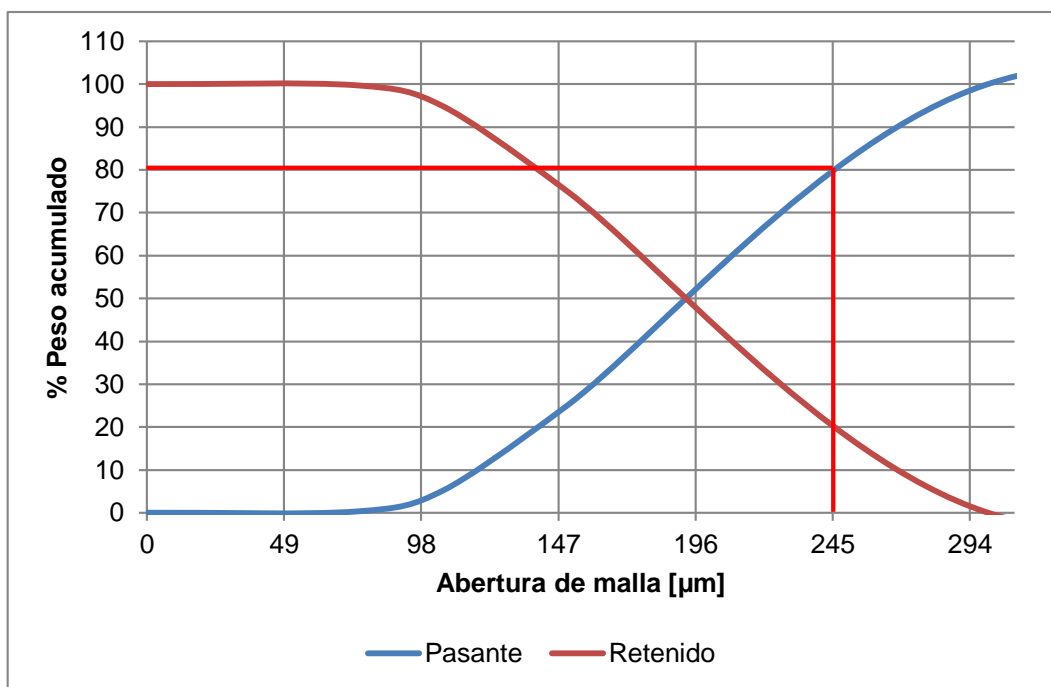
Para la presente investigación se usaron dos aleaciones, una de alto y otra de bajo punto de fusión correspondientes a 50%Ag - 50%Cu (**Anexo B. 1**) y 25%Al - 75%Zn (**Anexo B. 2**) respectivamente. Debido a que los puntos de fusión de las aleaciones son de 870°C para la aleación de plata y 500°C para la de zinc, se utilizaron temperaturas de colada de 970 y 600 °C respectivamente.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1. CARACTERIZACIÓN Y PREPARACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS

La **Figura 5** muestra que la arena tiene un d80 de 245 μm lo cual es un tamaño de partícula muy elevado para los propósitos del proyecto. Como se señaló en el apartado 2.4 Revestimiento refractario, las propiedades físicas del revestimiento dependen en gran medida de la distribución de tamaño de partícula. Así, se consideró que era necesario que la arena tuviese un tamaño de partícula menor o igual a 75 μm (pasante malla número 200).

Figura 5: Análisis granulométrico de la arena sílice que se recibió.



El análisis de difracción de rayos x (**Tabla 1**) muestra que la sílice está presente en forma de cuarzo y que además es el componente principal de la materia prima con un 92,6% ±0,1 de pureza. Por su parte el análisis de fluorescencia de rayos x (

Tabla 2) indica una pureza de 98,96% de sílice. Los anteriores resultados demuestran que la materia prima es arena sílice de alta pureza y que los demás elementos presentes se encuentran en concentraciones suficientemente pequeñas para que no sean necesarios procesos de purificación de la misma.

Tabla 1: Resultados difracción de rayos X de la materia prima.

Fase		Nombre	Cuantitativo (D.E)
Cristalinos	SiO ₂	Cuarzo	92.60% (0.1)
	Fe ₂ O ₃	Hematita	N.C
Total de cristalinos			92.60%
Amorfos y otros			7.40%

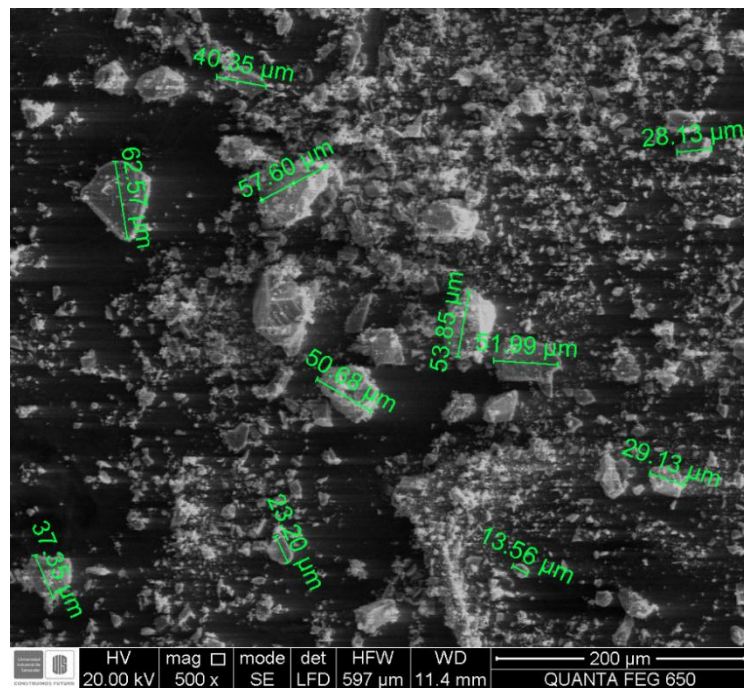
Tabla 2: Resultados difracción de rayos X de la materia prima.

Elemento	Número Atómico (Z)	Concentración	Óxido	Concentración
Si	14	46.26%	SiO ₂	98.96%
Al	13	0.15%	Al ₂ O ₃	0.28%
Ti	22	0.11%	TiO ₂	0.18%
Fe	26	0.07%	Fe ₂ O ₃	0.10%
Zr	40	0.03%	ZrO ₂	0.05%
Ca	20	0.02%	P ₂ O ₅	0.03%
Cu	29	0.02%	CaO	0.03%
P	15	0.01%	CuO	0.02%
Zn	30	97 mg/Kg	ZnO	0.01%
K	19	91 mg/Kg	K ₂ O	0.01%
Cr	24	46 mg/Kg	Cr ₂ O ₃	67 mg/Kg
Balance (C,H,O)		---	L.O.I	0.30%

En la **Figura 6** se muestra un imagen de microscopia electrónica de barrido (SEM) de la materia prima luego del proceso de molienda, se puede apreciar que la arena presenta una distribución muy variada de tamaño y forma de los granos pero siempre con un diámetro nominal menor a 75 μm .

La distribución granulométrica se encuentra entre 60 y 10 μm , lo cual debería favorecer la resistencia mecánica de los revestimientos desarrollados, dado que es sabido que en los procesos de conformado de los materiales cerámicos las distribuciones granulométricas amplias favorecen el acomodamiento de las partículas unas entre otras, lo cual se refleja en una mayor densificación del producto cerámico.

Figura 6: Micrografía SEM de la materia prima molida 500x.



4.2. CARACTERIZACIÓN DE LAS PASTAS CERÁMICAS DE ARENA SÍLICE SIN CALCINAR/YESO

4.2.1. Tiempo de vertido. Como se indicó en el apartado 3.2.1 Preparación de las pastas, el ensayo inició con las relaciones refractario/aglomerante: 70/30, 75/25 y 80/20. Para este ensayo el criterio de selección fue un tiempo de vertido mínimo de cinco minutos y medio, tiempo necesario para realizar todos los pasos de fabricación de la barbotina (mezclado, homogenización, vacío, vertido, etc).

Como límite superior se escogió un tiempo de vertido de 10 minutos. Tiempos de vertido superiores indican agua en exceso en la mezcla, lo cual dificultará su posterior fraguado. Además, el agua en exceso generará defectos en el revestimiento (en su mayoría porosidades y grietas) que luego van a ser copiados por la pieza metálica final. Posteriormente, con la intención de hacer un análisis más profundo al comportamiento reológico de las mezclas, se disminuyó el paso de la relación refractario/aglomerante y se ensayaron 3 nuevas relaciones: 68/32, 72/28 y 78/22.

En la **Figura 7** se muestran todas las relaciones refractario/aglomerante ensayadas y las cantidades de agua usadas en cada caso. Se inició con un mínimo de 40 mL de agua por 100g de polvo y se fue aumentando con un paso de 10ml hasta llegar a los 70ml de agua por 100g de polvo, donde todas las mezclas presentaban un tiempo de vertido cercano a los 10 minutos. Para finalizar el estudio, se redujo el paso de agua usado con el fin de encontrar la cantidad de agua más próxima para un tiempo de trabajo de cinco minutos y medio.

En la **Figura 8** y **Figura 9** se presentan de forma gráfica los resultados obtenidos de todas las pruebas de tiempo de vertido realizadas. Se puede observar que a medida que aumenta la cantidad de agua, el tiempo de vertido aumenta debido a que la mezcla es menos viscosa y tiene más fluidez. Como se indicó anteriormente se usó un tiempo de vertido mínimo de cinco minutos y medio, en la **Figura 10** se

muestran las mezclas aceptadas y rechazadas para la siguiente etapa de experimentación.

Figura 7: Mezclas ensayadas en Tiempo de Vertido.

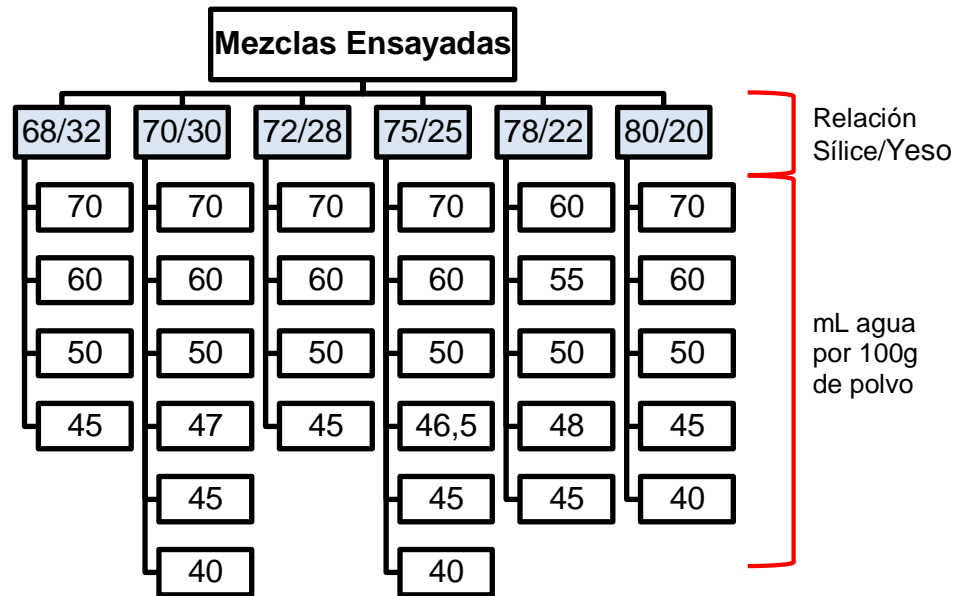


Figura 8: Tiempo de Vertido para las relaciones sílice/yeso 70/30, 75/25 y 80/20.

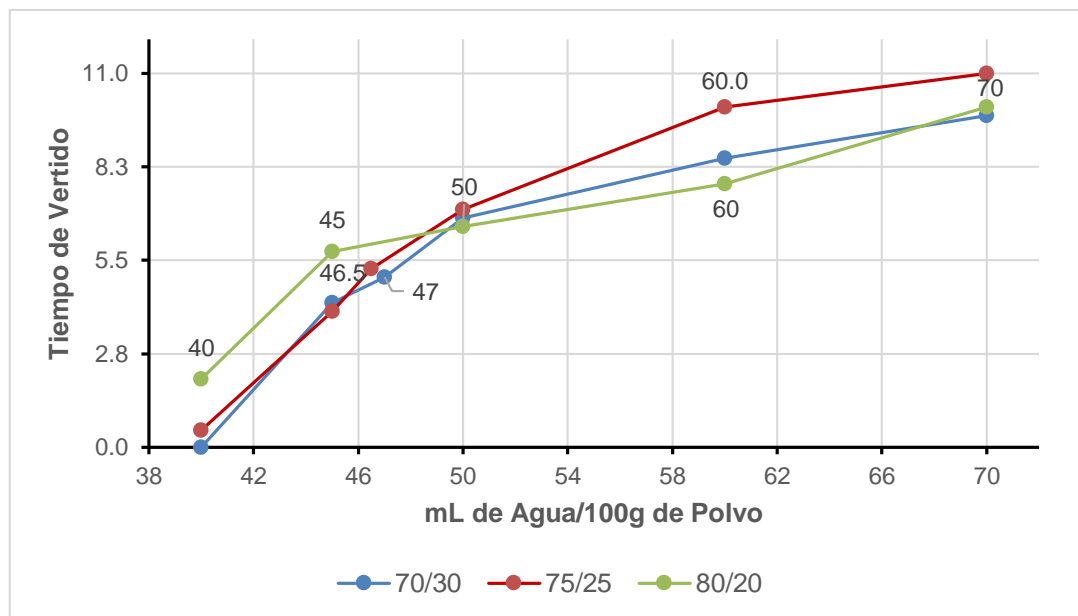


Figura 9: Tiempo de vertido para las relaciones sílice/yeso 68/32, 72/28 y 78/22.

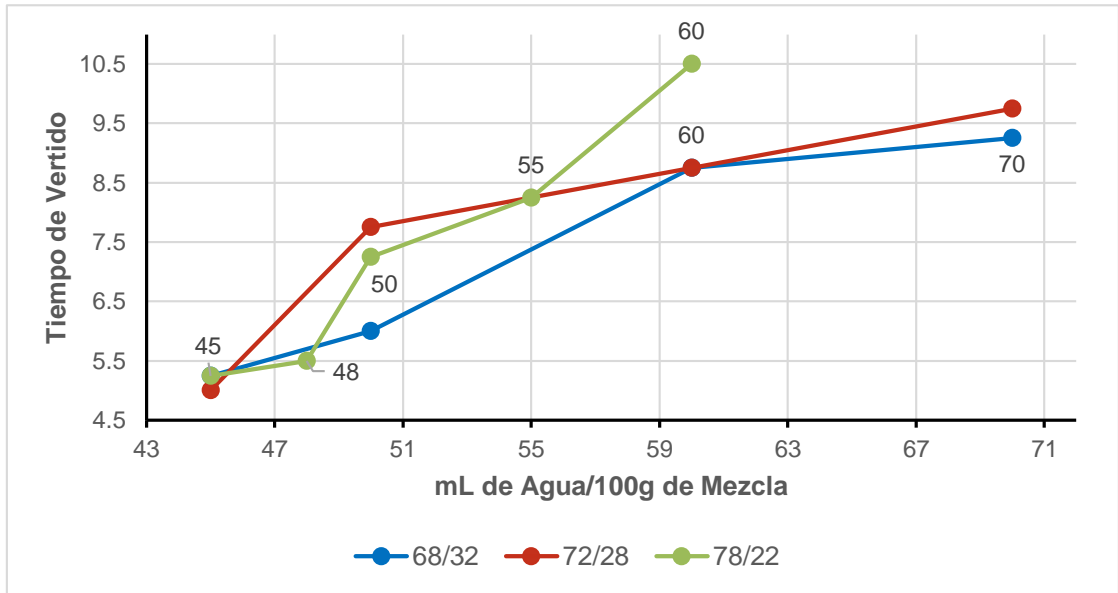
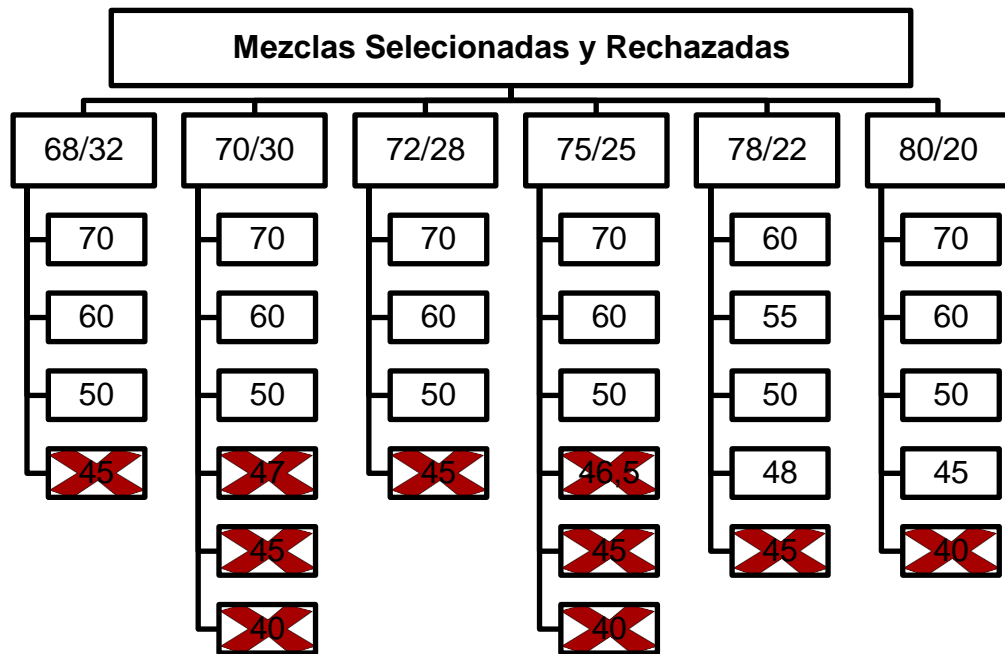


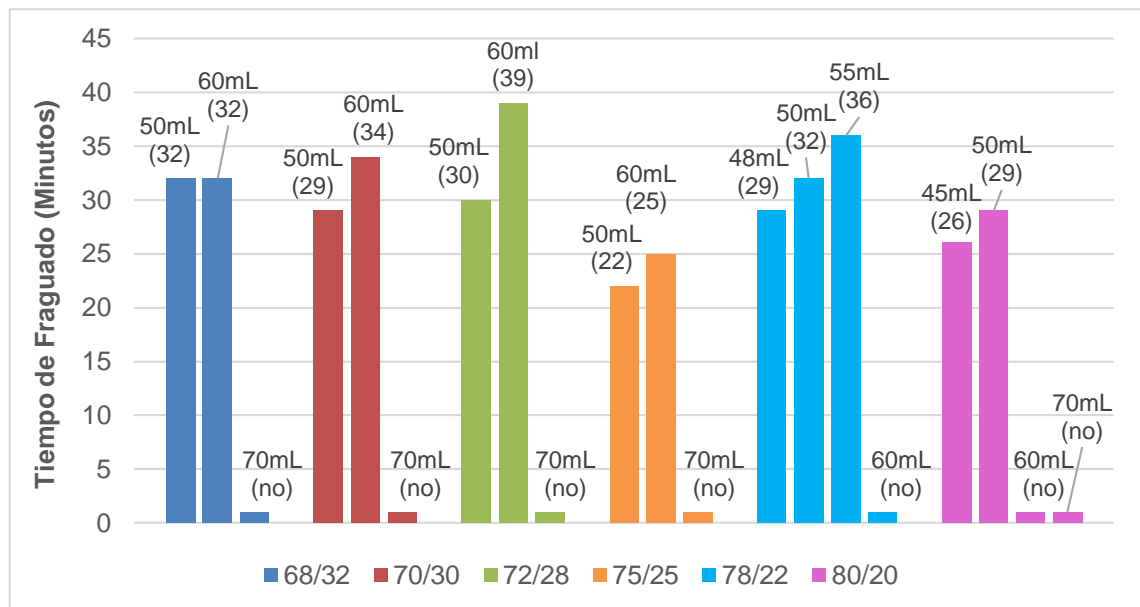
Figura 10: Mezclas seleccionadas y rechazadas en el ensayo de tiempo de vertido.



4.2.2. Tiempo de fraguado. Se determinó el tiempo de fraguado (Setting Time) de las mezclas seleccionadas en la etapa anterior de experimentación (**Figura 10**). Durante las pruebas de tiempo de fraguado se observó que las mezclas con altos contenidos de agua en relación a su cantidad de aglomerante presentaban agua en exceso, lo cual no permitía que el proceso de fraguado se completara correctamente, dicho comportamiento era una constante para las mezclas que no finalizaban su proceso de fraguado transcurridas 2 horas. De esta manera, las mezclas con tiempos de fraguado superiores a los 120 minutos (2 horas) fueron descartadas.

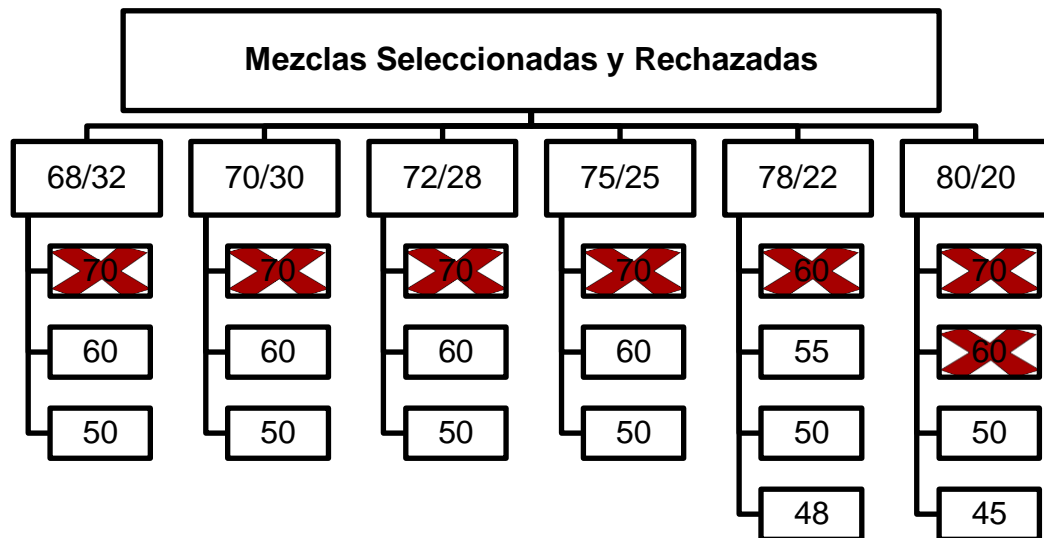
En la **Figura 11** se presentan de forma gráfica todos los resultados obtenidos de los ensayos de tiempo de fraguado realizados, en la parte superior de cada barra se indica la cantidad de agua para cada mezcla y el tiempo de fraguado final; las mezcla que tiene un “no” entre paréntesis son aquellas cuyos tiempos de fraguado fueron superiores al criterio de 120 minutos antes mencionado.

Figura 11: Resultados tiempo de Fraguado.



Así, en la **Figura 12** se muestran las mezclas escogidas y rechazadas con base en los resultados de tiempo de fraguado.

Figura 12: Mezclas seleccionadas y rechazadas en el ensayo de tiempo de Fraguado.

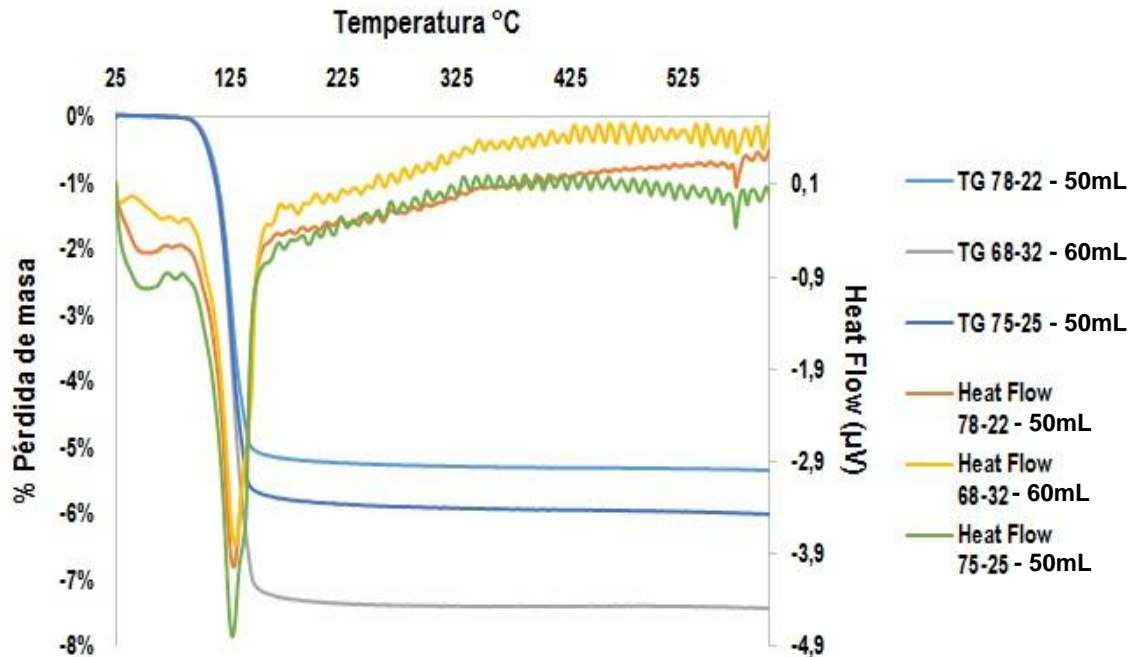


4.3. TRATAMIENTO TÉRMICO Y CARACTERIZACIÓN DE LOS REVESTIMIENTOS DE SÍLICE SIN CALCINAR

4.3.1. Tratamiento térmico. El tratamiento térmico de los revestimientos de arena sílice/yeso se diseñó con base en los resultados de los análisis de termo gravimetría TG y análisis térmico diferencial DSC (**Figura 13**), realizados a tres de las mezclas seleccionadas en la prueba de tiempo de fraguado, escogidas bajo los siguientes parámetros:

- **78/22 con 50mL – Mezcla 1:** para evaluar una mezcla con bajo contenido de yeso.
- **68/32 con 60mL – Mezcla 2:** para evaluar una mezcla con alto contenido de yeso y diferente cantidad de agua respecto a la mezcla 1.
- **75/25 con 50mL – Mezcla 3:** para evaluar una mezcla con mayor cantidad de yeso que la mezcla 1, pero con igual cantidad de agua.

Figura 13: Resultados análisis de termo gravimetría TG y análisis térmico diferencial DSC.

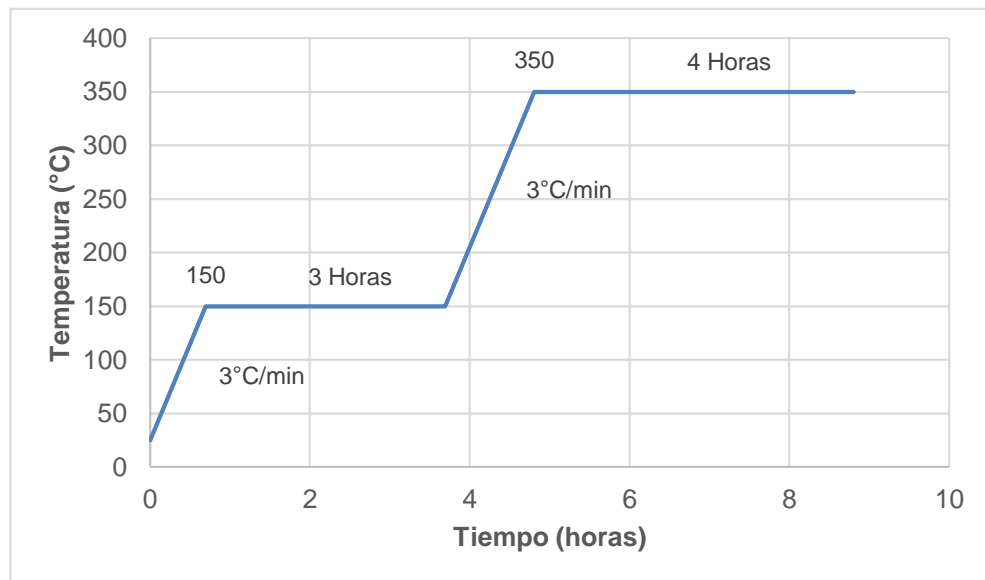


En la **Figura 13** se puede observar la pérdida de masa que sufren las mezclas entre los 110 y los 130°C aproximadamente, esta pérdida de masa se debe a la eliminación del agua de constitución de las mezclas y está asociada a un elevado consumo de calor, que se refleja en el DSC como un gran pico endotérmico en el rango de temperatura antes mencionado, es por esta razón que las mezclas con mayor contenido de agua y yeso presentaron una mayor pérdida de masa. Además, a los 570°C se pueden observar pequeños picos de consumo de calor que corresponden a la transformación de cuarzo alfa a cuarzo beta.

Con base en el análisis anterior y teniendo en cuenta que en el proceso de microfundición con pre-engaste las piedras deben soportar las condiciones de alta temperatura generadas durante el calentamiento del molde, el tratamiento térmico escogido fue el siguiente: un calentamiento inicial a una tasa de 3°C/min desde temperatura ambiente hasta 150°C, un sostenimiento a 150°C durante 3 horas, seguidamente un segundo calentamiento a una tasa de 3°C/min desde 150 hasta 350°C y finalmente un sostenimiento a 350° durante 4 horas.

Las velocidades de calentamiento fueron lentas con el objetivo de no generar fracturas en el refractario, ocasionadas por los esfuerzos generados durante la pérdida de agua y los cambios de volumen del molde. El sostenimiento a 150°C tiene el propósito de garantizar la completa evacuación del agua del revestimiento y la finalización de su endurecimiento. El sostenimiento a 350°C garantiza la homogeneidad térmica y volumétrica del molde, ya que a esta temperatura se llevará a cabo el proceso de colada, además de minimizar el choque térmico al momento de la misma; 350°C es la temperatura límite a la cual se puede someter la esmeralda con el fin de garantizar su integridad. En la **Figura 14** se presenta el tratamiento térmico de forma gráfica.

Figura 14: Tratamiento térmico diseñado para todas las mezclas



Se realizó un análisis de difracción de rayos X al revestimiento antes y después de exponerlo al tratamiento térmico (**Tabla 3**), con el objetivo de identificar las fases presentes y los cambios sufridos por el revestimiento luego de la aplicación de dicho tratamiento y de esta forma verificar su eficiencia.

En la **Tabla 3**, los resultados muestran la formación de Anhidrita (CaSO_4) por efecto del tratamiento térmico, es decir, se comprueba la deshidratación del yeso hidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), dicha transformación es la responsable del endurecimiento del

refractario y proporciona las propiedades adecuadas para el proceso de microfundición. Por otro lado, la presencia de basanita luego del tratamiento térmico sugiere que no todo el yeso se deshidrató por completo, pero al analizar el difractograma de la muestra luego de tratamiento térmico (**Anexo C. 1**), se observa que los picos correspondientes a la basanita son minúsculos, lo que comprueba que el tratamiento térmico fue el adecuado y permitió la correcta evacuación del agua de constitución en el yeso.

Tabla 3: Resultados difracción de rayos X para muestras del revestimiento antes (a) y después (b) del tratamiento térmico.

a) Antes de Tratamiento Térmico

Fase		Nombre
Cristalinos	$\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot (\text{H}_2\text{O})_2$	Yeso
	SiO_2	Cuarzo

b) Después de Tratamiento Térmico

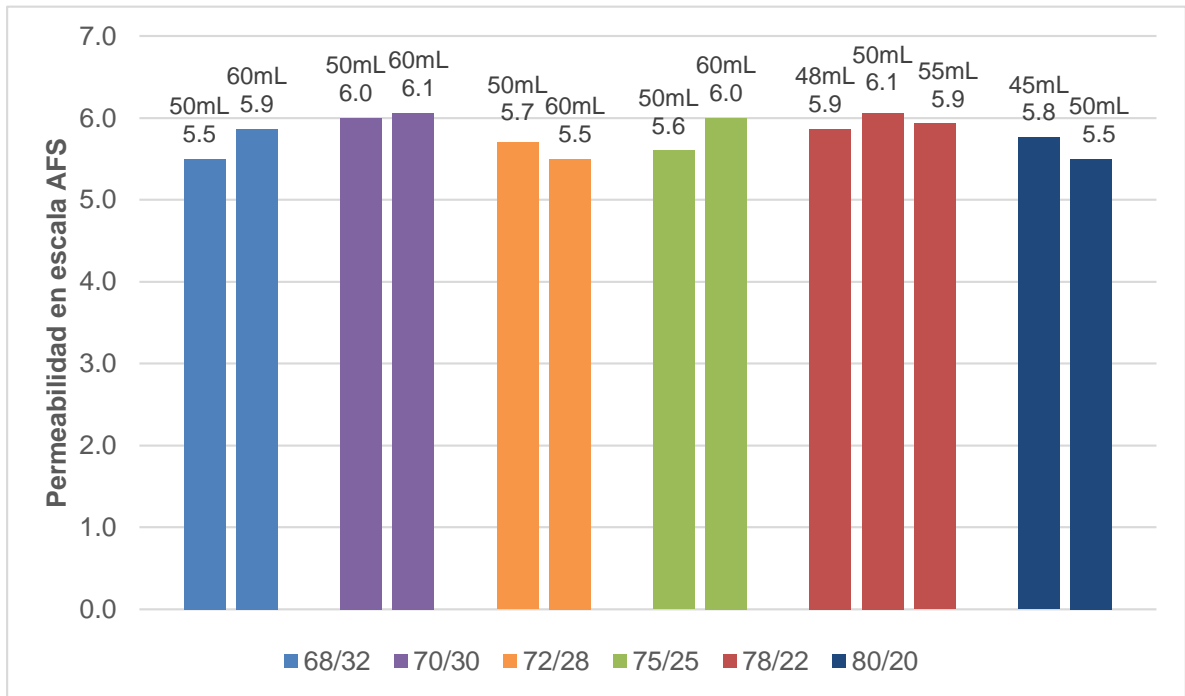
Fase		Nombre
Cristalinos	$\text{Ca}(\text{SO}_4)$	Anhidrita
	SiO_2	Cuarzo
	$\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot (\text{H}_2\text{O})_{0.5}$	Basanita

4.3.2. Permeabilidad. Una vez obtenidas las probetas usando el tratamiento térmico descrito anteriormente, se realizó el ensayo de permeabilidad a las mezclas seleccionadas de acuerdo a los resultados de tiempo de fraguado que se muestran en la **Figura 12**.

Los datos obtenidos de la prueba de permeabilidad (**Figura 15**) no son del todo concluyentes. Si se analiza cada relación refractario/aglomerante por separado, se puede observar por ejemplo, que para la serie 75/25 la permeabilidad se comporta

como es de esperarse, es decir, aumenta a medida que aumenta la cantidad de agua en la mezcla; por otro lado, las series 72/28 y 80/20 se comportan de manera contraria, es decir, la permeabilidad disminuye a medida que aumenta la cantidad de agua en la mezcla.

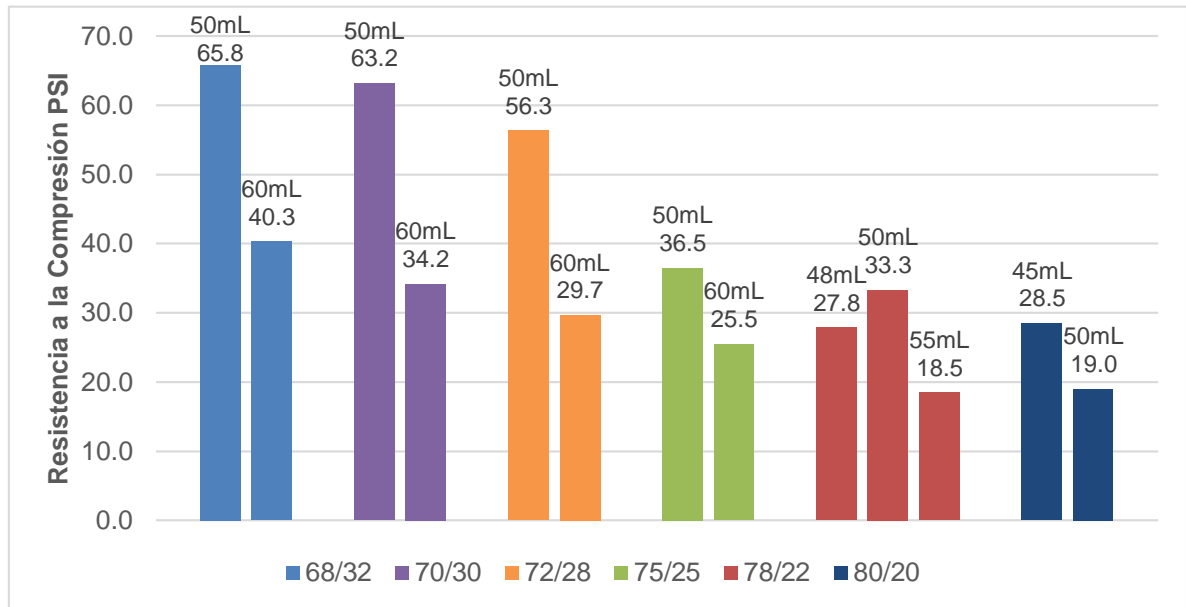
Figura 15: Resultados permeabilidad AFS.



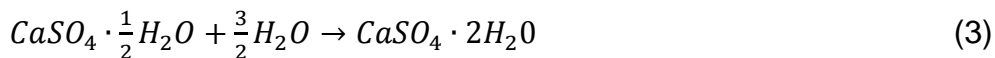
Cabe destacar que en general la permeabilidad de las mezclas ensayadas no varía en gran medida, desde un mínimo de 5,5 hasta un máximo de 6,6. Además, en todos los casos la permeabilidad estuvo por encima de 5,0, valor de permeabilidad promedio de la mezcla comercial usada como referencia. De esta manera, no se usó la permeabilidad como criterio de aceptación o rechazo.

4.3.3. Resistencia a la compresión. De manera paralela a la prueba de permeabilidad, se realizó el ensayo de resistencia a la compresión a las mezclas presentadas en la **Figura 12**. Los resultados obtenidos se muestran a continuación. Los resultados obtenidos muestran que de manera general la resistencia a la compresión disminuye conforme aumenta la cantidad de agua en la mezcla (**Figura 16**).

Figura 16: Resultados resistencia a la compresión.

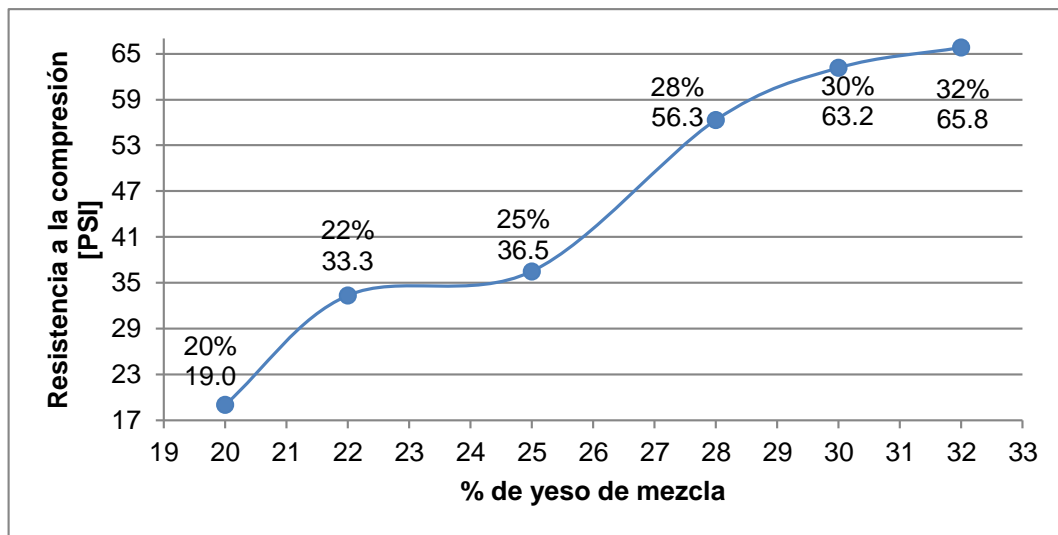


Además, observando la **Figura 17** también es posible concluir que la resistencia aumenta conforme aumenta la proporción de yeso en la mezcla. Este comportamiento se debe a la reacción que existe entre el agua y el yeso, o fraguado del yeso, en la que el yeso hemihidratado se convierte en dihidrato, según la reacción:



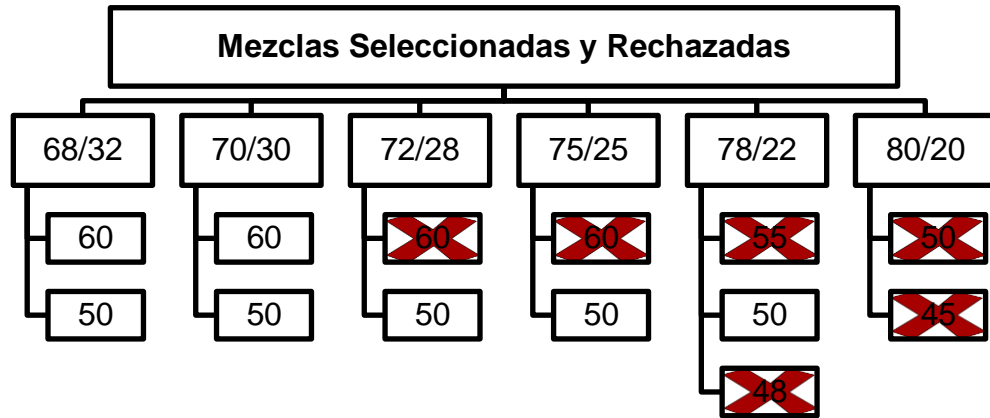
Y posteriormente, al secarse, produce un endurecimiento en el que el yeso actúa como ligante, compactando las partículas y endureciendo el material. Por otro lado, la resistencia disminuye a medida que aumenta la cantidad de agua debido a que, al sobrepasarse la cantidad suficiente para que ocurra la reacción el agua estará en exceso disminuyendo la resistencia a la compresión.

Figura 17: Resistencia a la Compresión Vs % de yeso en la mezcla, para mezclas con 50mL de agua por cada 100g de mezcla.



Una vez analizados los resultados obtenidos se estableció como criterio de aceptación las mezclas con resistencia a la compresión de mínimo 30 PSI; de manera cualitativa se determinó que las mezclas con resistencia a la compresión menor a 30 PSI presentan alta friabilidad y no soportan la manipulación que toma parte en el proceso, por este motivo se determinó que no eran aptas para continuar con el proceso de experimentación. En la **Figura 18** se muestran las mezclas aceptadas y rechazadas con base en el parámetro anteriormente descrito.

Figura 18: Mezclas seleccionadas y rechazadas luego de los ensayos de Resistencia a la Compresión y Permeabilidad.



4.3.4. Resistencia al choque Térmico. Se realizaron 3 ensayos independientes de resistencia al choque térmico a diferentes condiciones de temperatura, el primero constó de 5 ciclos a 700°C, el segundo de 5 ciclos a 500 ° C y por ultimo 3 ciclos a 500 °C. Las mezclas ensayadas fueron las que superaron la prueba anterior (**Figura 18**).

Ninguna de las mezclas mantuvo su integridad luego de 5 ciclos a 700 °C , luego del primer ciclo de calentamiento las grietas ya eran notorias como lo muestra en la **Figura 19-A**, a medida que aumentaban los ciclos la cantidad y el tamaño de las grietas aumentaba como se puede observar en la **Figura 19-B**, **Figura 19-C**, **Figura 19-D** y **Figura 19-E**, hasta que las probetas se destruyeron por completo como se puede observar en la **Figura 19- F**, las pocas que no se destruyeron lo hicieron al contacto con el equipo para medir la resistencia a la compresión.

Luego de terminadas las pruebas a 700°C, se prosiguió con 5 ciclos a 500 °C y se obtuvieron resultados similares que los anteriores, es decir, desde el segundo ciclo las probetas empezaron a presentar grietas y se destruyeron totalmente después de los 5 ciclos a 500°C.

Con el objetivo de poder cuantificar la pérdida de resistencia de las probetas, por efecto del choque térmico, los ciclos de calentamiento-enfriamiento se redujeron a únicamente 3; nuevamente, desde el primer ciclo de choque térmico se presentan grietas como se puede observar en la **Figura 20-A**, luego en el 2° y 3° ciclo (**Figura 20-B** y **Figura 20-C**), el tamaño y cantidad de grietas aumenta, pero las probetas no se destruyen por completo por lo que es posible realizarles el ensayo de resistencia a la compresión.

Figura 19: Fotografías de las probetas sometidas a 5 ciclos de tratamiento térmico a 700°C: A) 1 ciclo, B) y C) 2 ciclos, D) 3 ciclos, E) 4 ciclos, F) 5 ciclos.

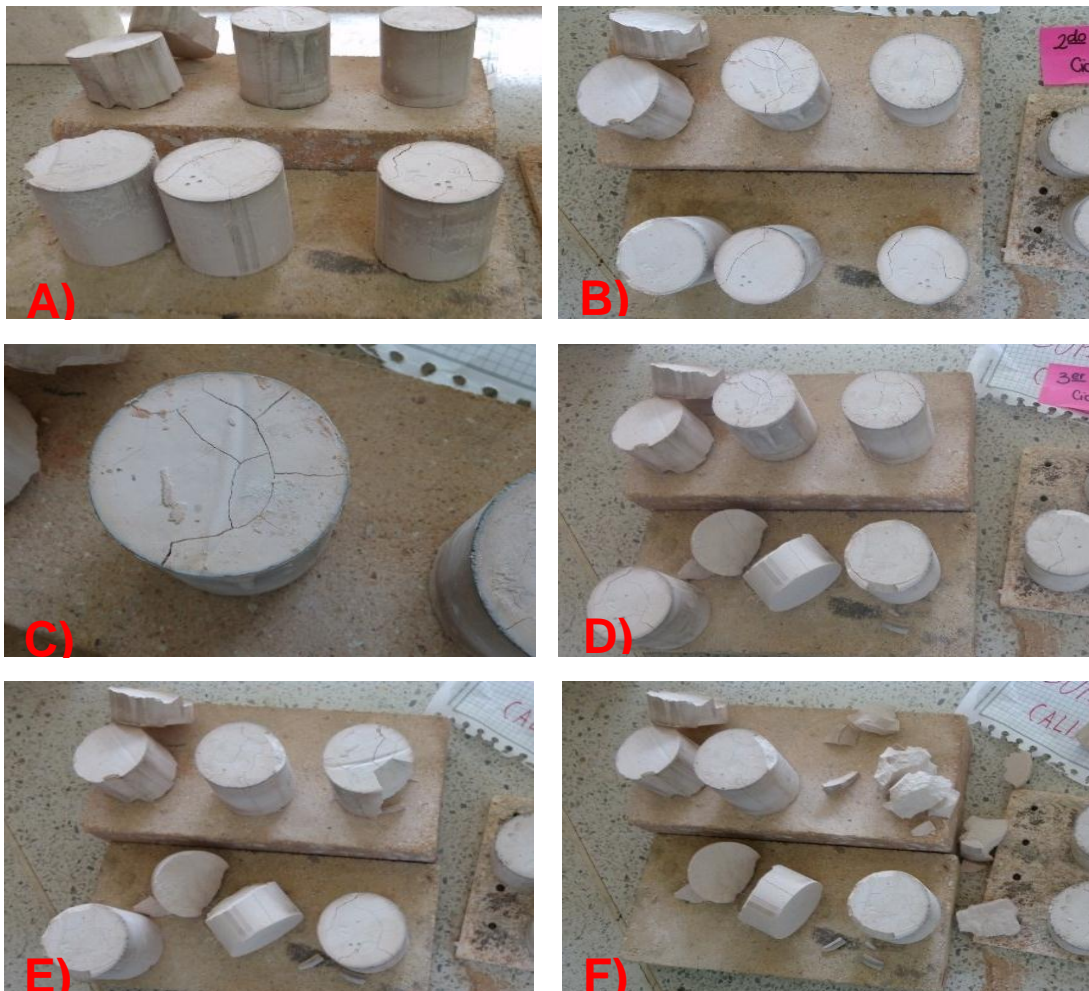
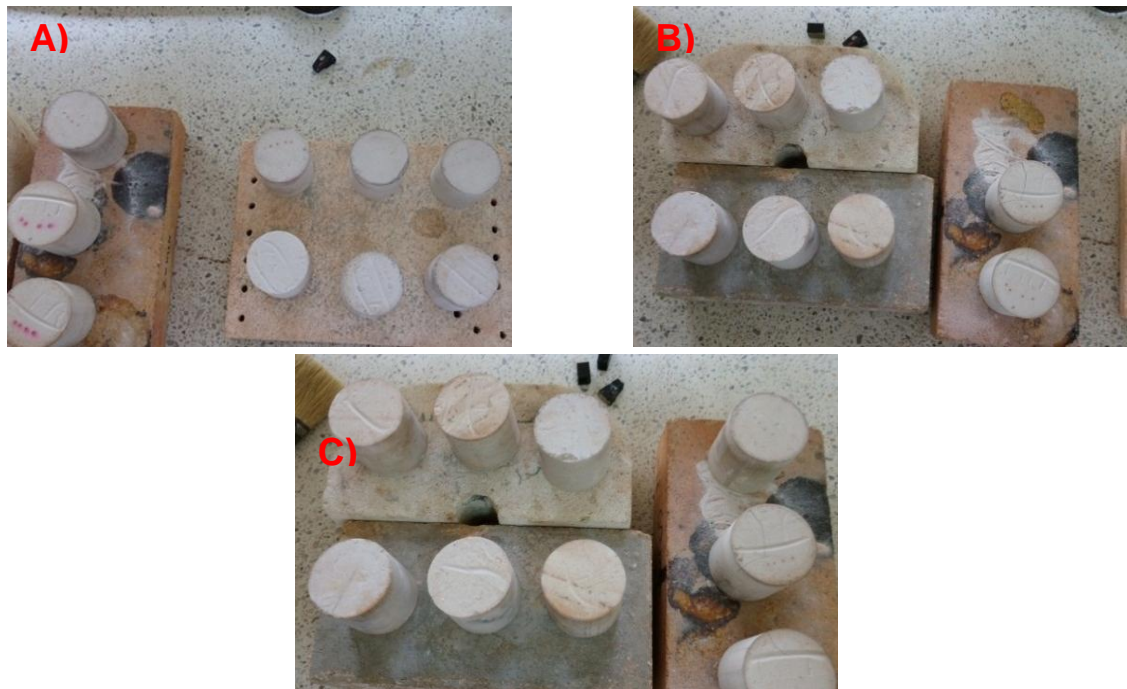


Figura 20: Fotografías de probetas luego de: A) 1er ciclo choque térmico 500°C, B) 2do ciclo choque térmico a 500°C y C) 3er ciclo choque térmico a 500°C.



Los resultados obtenidos de las pruebas de compresión realizadas a la probetas sometidas a choque térmico se presentan a continuación (**Figura 21**).

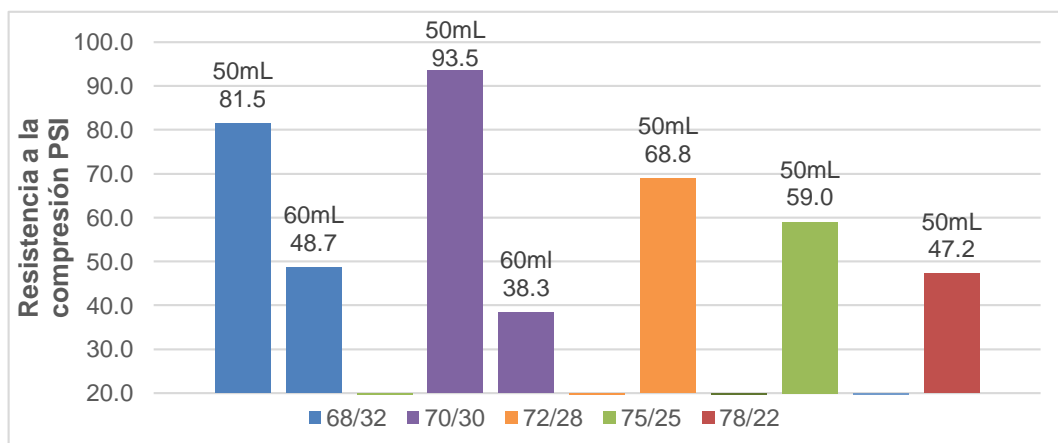
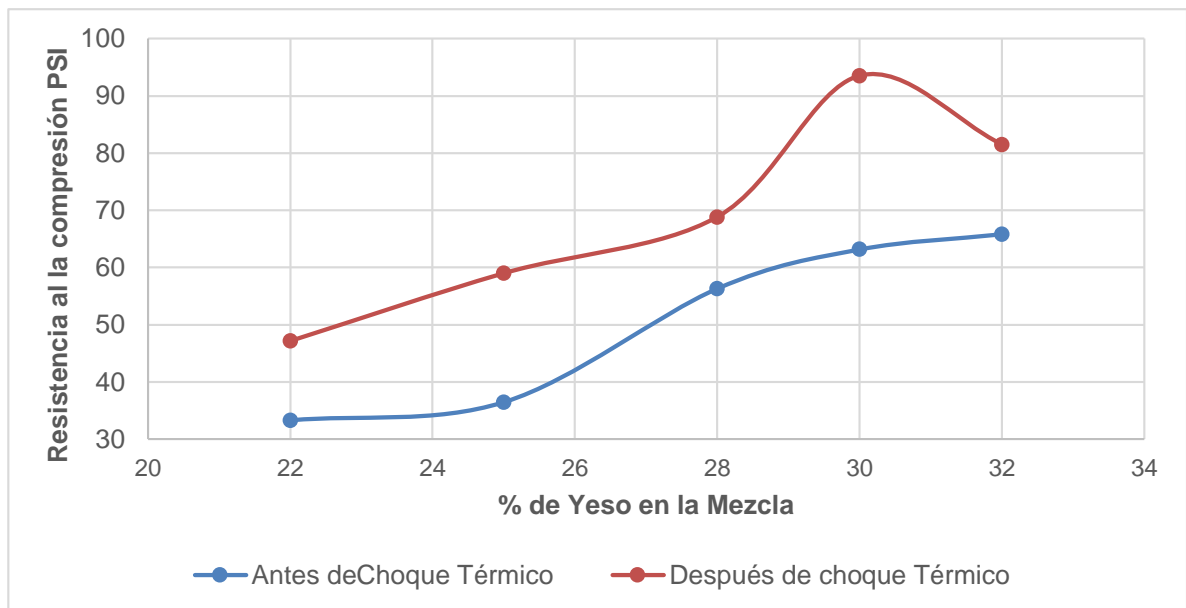


Figura 21: Resultados Prueba de compresión a probetas sometidas a tres ciclos de choque térmico a 500°C.

Al comprar estos resultados con los obtenidos de las probetas de la misma composición que no fueron sometidas a choque térmico (**Figura 16**), es evidente que la resistencia a la compresión aumentó luego de que las probetas fueron sometidas a los 3 ciclos de calentamiento/enfriamiento a 500°C, esto se puede ver más fácilmente en la grafica que se presenta en la **Figura 22**.

Figura 22: Comparación entre la resistencia a la compresión de probetas con y sin someter a choque térmico para una cantidad de agua constante de 50 mL.



En la **Tabla 4** se presenta el porcentaje de aumento de la resistencia a la compresión que presentan las muestras luego de 3 ciclos de choque térmico a 500 °C, pese a que la norma ASTM C1171 indica que la forma de analizar cuantitativamente la resistencia al choque térmico de un material es mediante la fórmula:

$$Mo = \frac{\text{Resistencia antes del choque térmico} - \text{Resistencia luego del choque térmico}}{\text{Resistencia antes del choque térmico}} \times 100$$

Los valores resultantes de usar esta ecuación serán negativos y no darán una noción clara del incremento en la resistencia de las probetas, debido a esto, se modificó la fórmula de la siguiente manera:

$$Mo = \frac{\text{Resistencia luego del choque térmico} - \text{Resistencia antes del choque térmico}}{\text{Resistencia antes del choque térmico}} \times 100$$

Tabla 4: Comparación entre la resistencia a la compresión de probetas con y sin someter a choque térmico

Relación Sílice/yeso	Cant. Agua (mL)	Resistencia a la compresión PSI		%Aumento
		Antes de Choque	Desp. de Choque	
68/32	60	40,3 ± 3,5	48,7 ± 2,8	20,84%
	50	65,8 ± 4,8	81,5 ± 14,7	23,86%
70/30	60	34,2 ± 2,8	38,3 ± 1,5	11,99%
	50	63,2 ± 3,3	93,5 ± 14,8	47,94%
72/28	50	56,3 ± 2,1	68,8 ± 2,4	22,20%
75/25	50	36,5 ± 3,9	59,0 ± 5,6	61,64%
78/22	50	33,3 ± 2,4	47,2 ± 11,6	41,74%

En la **Tabla 4** se observa que el aumento de la resistencia a la compresión luego de choque térmico no tiene un comportamiento claro, debido a que la formación y crecimiento de las grietas en las probetas se da de forma arbitraria y afecta a cada probeta de manera distinta.

Dicho aumento en la resistencia a la compresión podría ser debido a que durante los ciclos de calentamiento, los granos que constituyen el material crecen aumentando la densificación y produciendo un efecto de aumento de la resistencia a la compresión. Por consiguiente, la presencia de grietas tiene menor influencia en el material en comparación al efecto generado por el aumento del tamaño de grano.

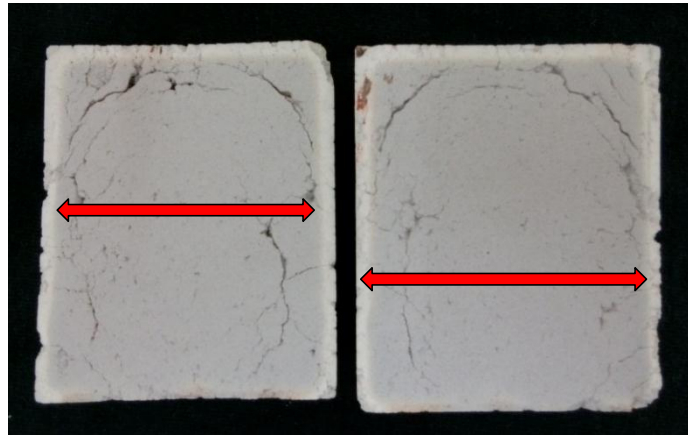
Además, como se observa en la **Figura 20-C** y **Figura 20-C**, incluso con el aumento en la resistencia a la compresión las probetas presentan grietas pronunciadas, que en un principio, imposibilitarían el uso de alguna de estas mezclas en el proceso de microfundición. No obstante, las probetas para la prueba de resistencia a la compresión luego de choque térmico se ensayaron luego de haberse enfriado, lo que no ocurre en el proceso de microfundición en donde el metal es colado mientras el refractario está a altas temperaturas, lo que implica que en las pruebas las probetas fueron sometidas a condiciones mucho más severas a las usadas en el proceso de microfundición. Por esta razón, los resultados de resistencia al choque térmico no son de todo concluyente al momento de seleccionar las mezclas para la siguiente etapa de experimentación.

4.4. CARACTERIZACIÓN DE LOS REVESTIMIENTOS DE SÍLICE CALCINADA/YESO

Una vez finalizado el proceso preliminar de selección con la arena sílice natural (cuarzo), se prosiguió con la preparación de la arena calcina, con el objetivo de obtener una combinación entre las diferentes formas estables de la sílice a presión atmosférica (cuarzo, cristobalita y tridimita).

Como se observa en la **Figura 23**, la reacción de calcinación de la sílice se dio mediante el modelo del núcleo sin reaccionar, en el cual la conversión comienza desde el exterior hacia el interior, en donde se encuentra una matriz sin reaccionar.

Figura 23: Corte longitudinal de una probeta luego de ser calcinada.



El análisis por difracción de rayos X (**Tabla 5**) mostró una transformación significativa del cuarzo, en aproximadamente 50% de cristobalita y 10% de tridimita, en la composición cristalina de la muestra (95%.aproximadamente).

Tabla 5: Análisis cristalográfico cuantitativo por difracción de rayos X de la sílice calcinada a 1300 °C por 10 horas.

Fase		Nombre	Cuantitativo
Cristalinos	SiO ₂	Cuarzo	34.00%
	SiO ₂	Cristobalita	50.70%
	SiO ₂	Tridimita	9.70%
	Fe ₂ O ₃	Hematita	0.30%
Total cristalino			94.70%
Amorfos y otros			5.30%

Una vez calcinada, la arena se molió y se clasificó siguiendo los mismos parámetros y procesos usados con la sílice natural. Seguidamente, se realizaron los ensayos de tiempo de vertido y tiempo de fraguado y se comprobó que las propiedades reológicas de las dos arenas (con y sin calcinar) eran las muy similares, con base

en este hecho, se determinó que era posible usar las mismas mezclas ya seleccionadas con la arena sin calcinar, dichas mezclas se presentan en la **Figura 18**.

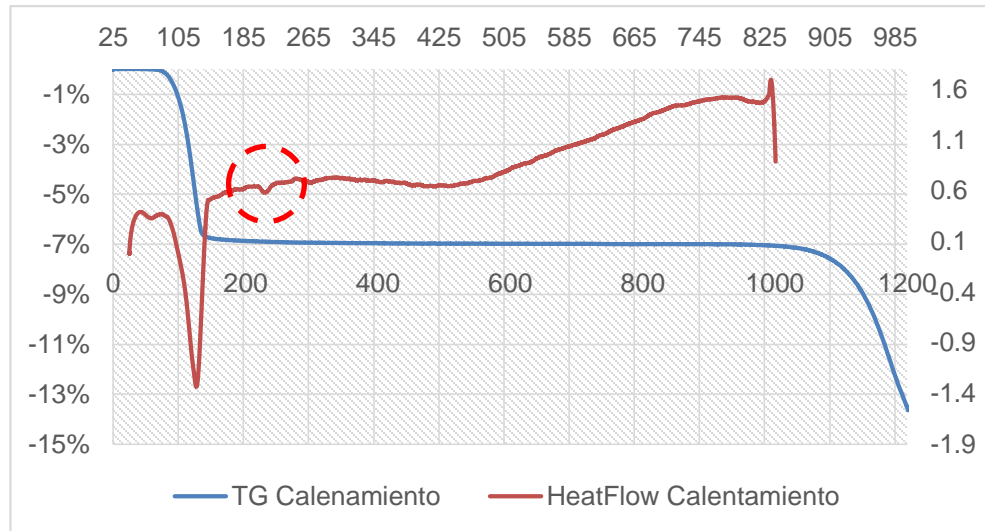
Posteriormente, se continuó con la fabricación de las probetas y aplicación del tratamiento térmico (el mismo usado para la sílice natural). Como se puede observar en la **Figura 24**, las probetas no soportaron las condiciones dispuestas en el tratamiento térmico y sufrieron fracturas en toda su extensión. Este hecho imposibilita la continuidad de la experimentación y la creación del revestimiento refractario a partir de la sílice calcinada obtenida bajo nuestras condiciones de calcinación.

Figura 24: Probetas de arena sílice calcinada luego de ser sometidas a tratamiento térmico



Las fracturas presentes en las probetas son debidas al alto contenido de cristobalita, baja en la arena, ya que esta sufre considerables cambios volumétricos a temperaturas cercanas a los 235°C cuando se transforma de cristobalita baja a cristobalita alta. En el análisis térmico de TG y DSC realizado a la uno de los revestimientos con arena calcinada (**Figura 25**) se señala el pico correspondiente al cambio de cristobalita baja a alta o de alfa a beta a aproximadamente 235°C, en donde al cambiar de una estructura tetragonal a una cubica, cambia su densidad de 2.21 a 2.23 g/cm³ por lo que sufre un cambio volumétrico de aproximadamente 3.16%, dicho cambio genera esfuerzos en el material que provocan la formación y propagación de grietas a lo largo de toda la probeta.

Figura 25: Análisis térmico de TG y DSC practicado a un revestimiento con sílice calcinada.

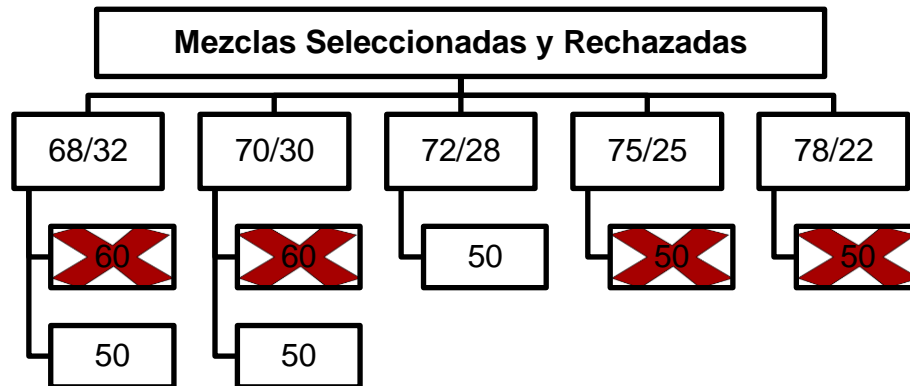


Este comportamiento no sucede en el revestimiento comercial debido a que posee en su composición una variedad de aditivos que controlan los cambios volumétricos de la cristobalita.

4.5. PROCESO DE MICROFUNDICIÓN

4.5.1. Microfundición de prototipos de anillos sin esmeraldas. Dado que los resultados del ensayo de resistencia a la compresión luego de choque térmico no fueron concluyentes, se decidió usar un nuevo criterio de aceptación y rechazo para seleccionar las mezclas de arena sin calcinar/yeso aptas para el proceso de microfundición. Se realizó el ensayo de resistencia a la compresión a la mezcla comercial usada como referencia y el resultado fue de 50 PSI. Así, se estableció que las mezclas aptas para el proceso de microfundición fueron aquellas que presentaron una resistencia a la compresión mayor a la de la mezcla comercial (50 PSI), los datos de resistencia a la compresión de las 7 mezclas seleccionadas hasta el momento se presentaron en la **Tabla 4**. Las mezclas seleccionadas y rechazadas bajo el parámetro antes descrito se muestran en la **Figura 26**.

Figura 26: Mezclas seleccionadas y rechazadas usando el parámetro de mínimo 50 PSI de resistencia a la compresión



Así, las mezclas seleccionadas para el proceso de microfundición fueron, 68/32, 70/30 y 72/28, todas con una cantidad de agua de 50mL por cada 100g de polvo. Con el objetivo de profundizar en la caracterización y analizar las propiedades de los revestimientos seleccionados, se realizó análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM), en conjunto con análisis puntuales de EDS para observar las diferencias estructurales y de porosidad en los revestimientos y su impacto en las propiedades finales de las piezas fundidas.

Si se comparan las 3 micrografías presentadas, se pueden observar en la **Figura 27**, que es la mezcla con mayor contenido de yeso, es decir, la 68/32, el yeso y la arena sílice se combinan de una mejor manera, dejando menores espacios entre partículas en comparación a las mezclas 70/30 y 72/28, **Figura 28** y

Figura 29 respectivamente. Esto es favorable para los propósitos de copiabilidad de las mezclas ya que la permeabilidad no varía considerablemente, es de esperar que la mezcla 68/32 sea la que mejores resultados de en el proceso de microfundición.

Figura 27: Micrografía SEM, electrones retro dispersados mezcla 68/32 1000x.

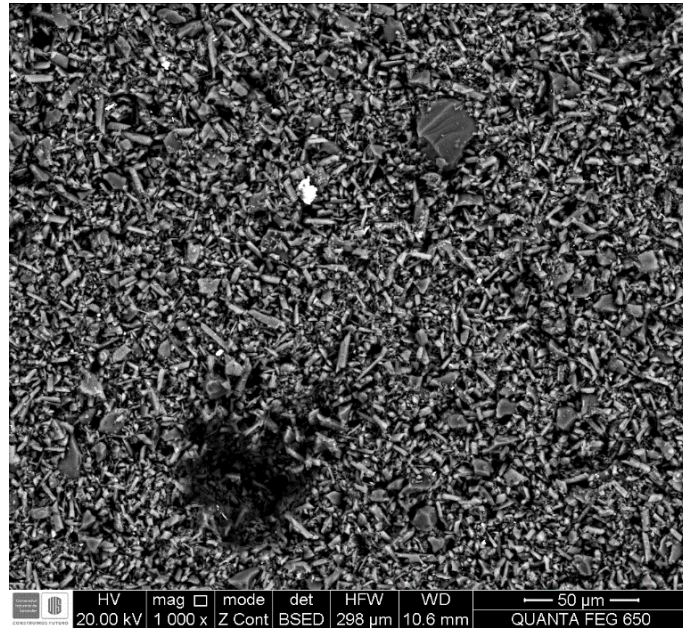


Figura 28: Micrografía SEM, electrones retro dispersados mezcla 70/30 1000x.

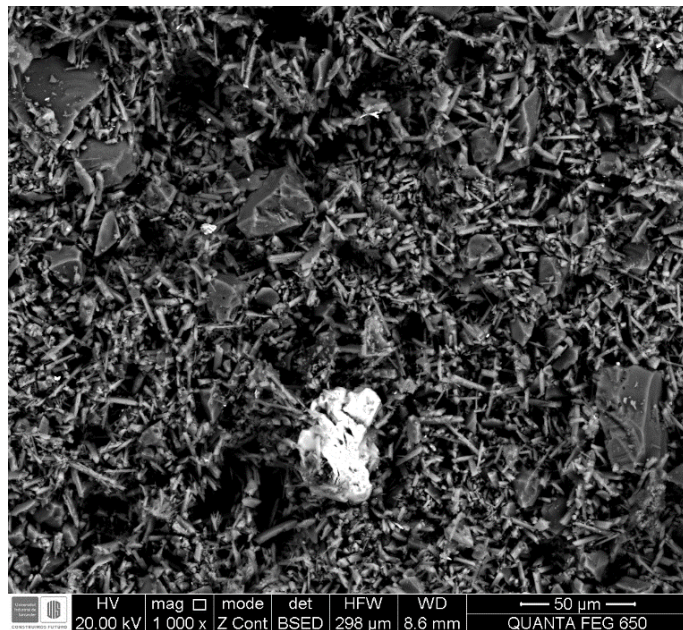


Figura 29: Micrografía SEM, electrones retro dispersados mezcla 72/28 1000x.



El proceso de microfundición a la cera perdida se inició con una colada usando aleación de 25% Al-75%Zn de bajo punto de fusión (500°C) (**Anexo B. 2**).

En la **Figura 30**, **Figura 31** y **Figura 32** se presentan los resultados de las fundiciones realizadas con la aleación de bajo punto de fusión. Las piezas obtenidas no presentaron defectos de fundición considerables, los pocos presentes en las piezas son fácilmente removibles por medio un lijado y o pulido. Las piezas llenaron completamente el molde y tuvieron una alta capacidad de reproducción de detalles. Es importante destacar que las mejores piezas, es decir, aquellas con mayor copiabilidad, fueron las obtenidas con la mezcla con mayor cantidad de yeso (mezcla 68/32), tal como se esperaba. Por otro lado, a medida que disminuyó el contenido de yeso, mezclas 70/30 y 72/28, los defectos se hicieron más notorios en las piezas, tal como se observa en la **Figura 32**, en donde el tallo del árbol muestra una mayor cantidad de rebaba en comparación a las demás piezas. La rebaba es

producto de las grietas producidas por el choque térmico que se da en el molde al momento de colar el metal.

Figura 30: Fundición de aleación Al-Zn con revestimiento refractario 68/32 y 50 ml de agua por 100 g de polvo.



Figura 31: Fundición de aleación Al-Zn con revestimiento refractario de 70/30 y 50 ml de agua por 100 g de polvo

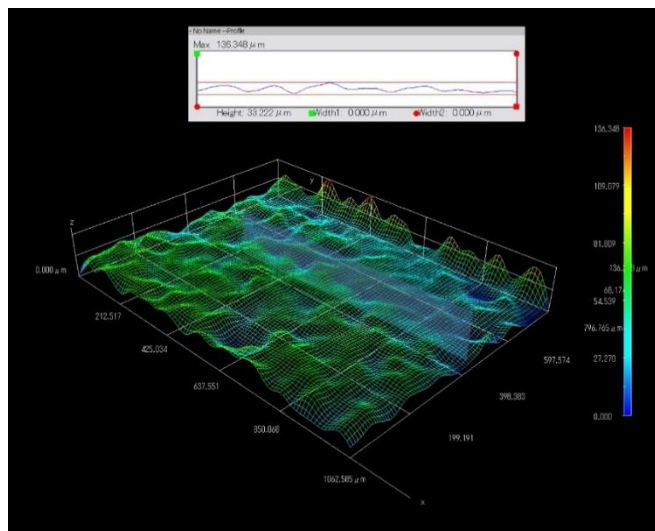


Figura 32: Fundición de aleación Al-Zn con revestimiento refractario 72/28 y 50 ml de agua por 100 g de polvo.



Con el propósito de analizar la calidad y acabado superficial de las piezas fundidas, se utilizó el microscopio Hirox para hacer un análisis de rugosidad de las platinas obtenidas junto con los anillos en cada una de las coladas, en la **Figura 33** se muestra un ejemplo de las reconstrucciones 3D obtenidas

Figura 33: Reconstrucción 3D de la platina fabricada con la mezcla 68/32.



Luego de realizar múltiples medidas de rugosidad en diferentes planos a las piezas obtenidas con los 3 revestimientos, se determinó una rugosidad promedio de $38,64 \pm 0,55 \mu\text{m}$, $44,18 \pm 0,48 \mu\text{m}$ y $49,26 \pm 0,77 \mu\text{m}$ para las mezclas 68/32, 70/30 y 72/28 respectivamente, esto indica que la mezcla 68/32 posee la más baja de las rugosidades, es decir, una superficie más lisa. Así, se corrobora el primer análisis cualitativo realizado a las piezas fundidas.

Con base en los análisis presentados anteriormente, se concluye que la mezcla 68/32 con 50mL de agua por cada 100g de polvo, posee las mejores propiedades de copiabilidad de las tres mezclas ensayadas, generando piezas fundidas sin defectos significativos. Por esta razón es la mezcla seleccionada para la etapa final de la experimentación, la fundición con pre engaste de esmeraldas.

4.5.2. Microfundición de prototipos de anillos con esmeraldas pre-engastadas.

Se realizaron 2 fundiciones usando el revestimiento seleccionado en la etapa anterior de experimentación (mezcla 68/32 con 50mL de agua por cada 100g de polvo). En la primera fundición se usó una aleación de 25%Al - 75%Zn y en la segunda una aleación de 50%Ag - 50%Cu.

La fundición con aleación Al-Zn se realizó con el objetivo de analizar el comportamiento del revestimiento a bajas temperaturas de colada (600°C), de manera análoga la fundición con aleación Ag-Cu tiene por objetivo analizar el comportamiento del revestimiento a altas temperaturas de colada (970°C). Se usaron dos anillos por árbol por colada, cada uno con una esmeralda, además, se aplicó a una de las esmeraldas un recubrimiento de circonita/alcohol en proporciones 80/20, con el fin de protegerla de las altas temperaturas.

Tanto la fundición a baja temperatura (600°C), **Figura 34**, como a alta temperatura (970°C), **Figura 35**, dieron como resultado anillos de buena calidad y el llenado de los moldes fue completo, además de presentar una reproducción de detalles óptima.

Figura 34: Anillos obtenidos por microfundición a la cera perdida con esmeraldas pre engastadas en aleación de Al- Zn.



Figura 35: Anillos obtenidos por microfundición a la cera perdida con esmeraldas pre engastadas en aleación de Ag- Cu.



En la **Figura 36**, **Figura 37**, **Figura 38** y **Figura 39** se observan los cambios producidos en las esmeraldas antes y después de la fundición. Luego de la fundición las esmeraldas presentan grietas y lo que se podría denominar como quemaduras

(cambios severos de coloración), principalmente en los sitios de contacto directo con el metal.

Figura 36: *Esmeralda 86 Tipo III*, usada en la fundición con aleación Al-Zn (600°C) y sin recubrimiento de circonita. A) Antes de la colada, cara frontal B) Antes de la colada, cara posterior C) Después de la colada, cara frontal.

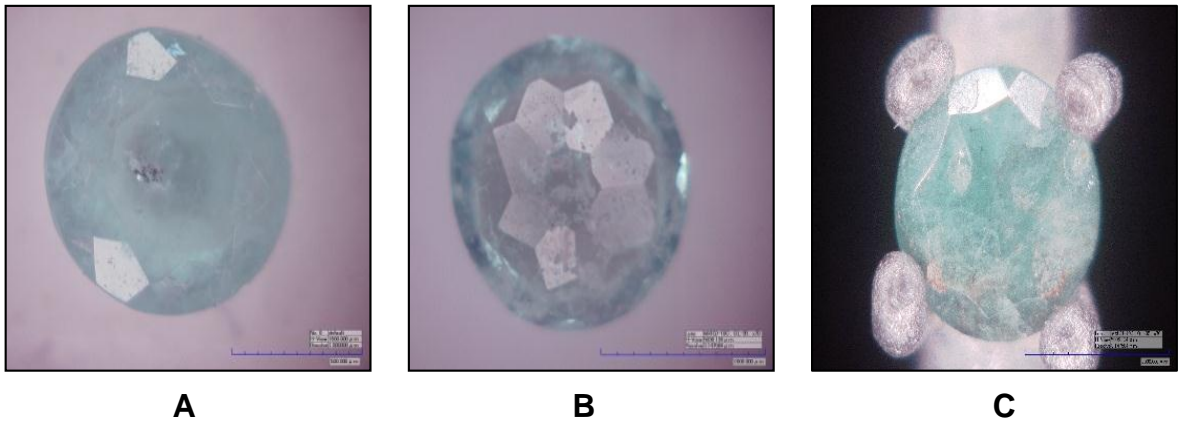


Figura 37: *Esmeralda 78 Tipo III*, usada en la fundición con aleación Al-Zn (600°C) y con recubrimiento de circonita. A) Antes de la colada, cara frontal B) Antes de la colada, cara posterior C) Después de la colada, cara frontal.

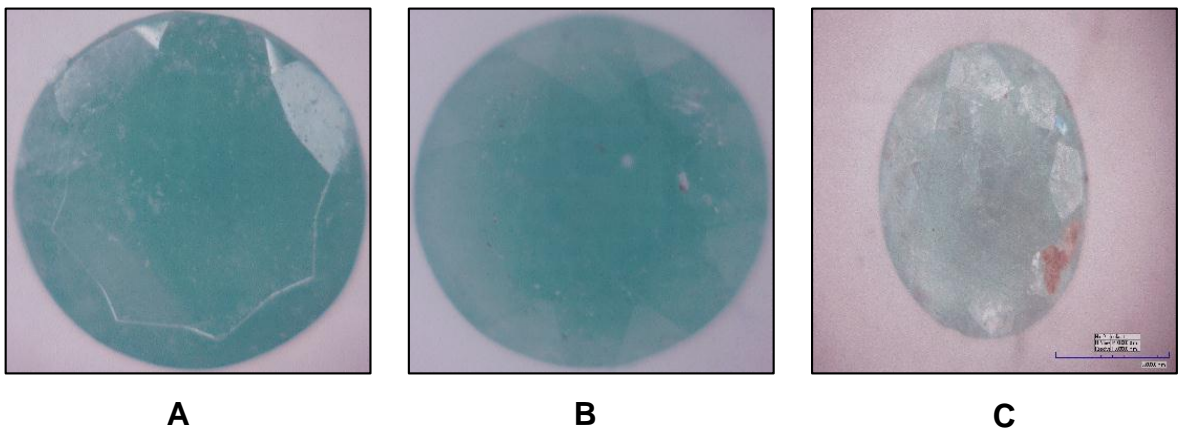


Figura 38: *Esmeralda 77 Tipo III*, usada en la fundición con aleación Ag-Cu (970°C) y sin recubrimiento de circonita. A) Antes de la colada, cara frontal B) Antes de la colada, cara posterior C) Después de la colada, cara frontal.

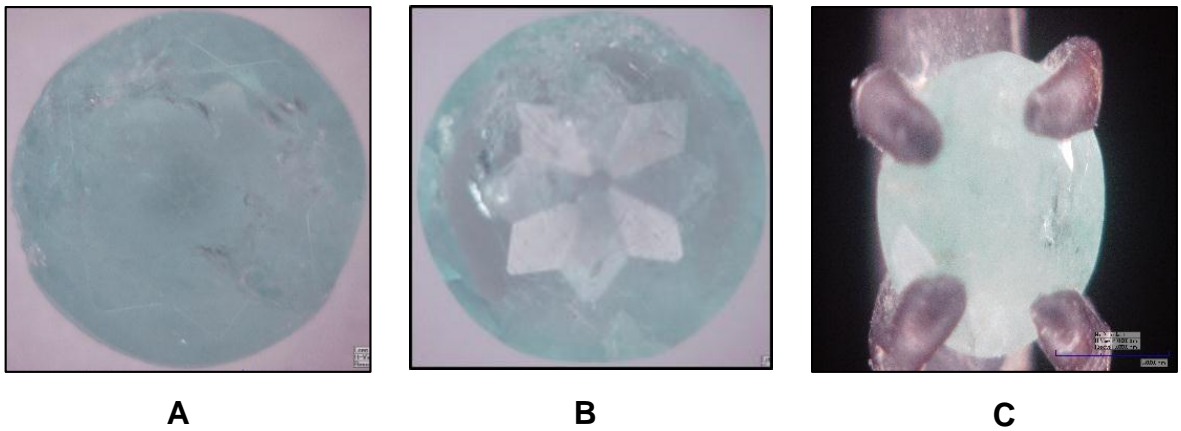
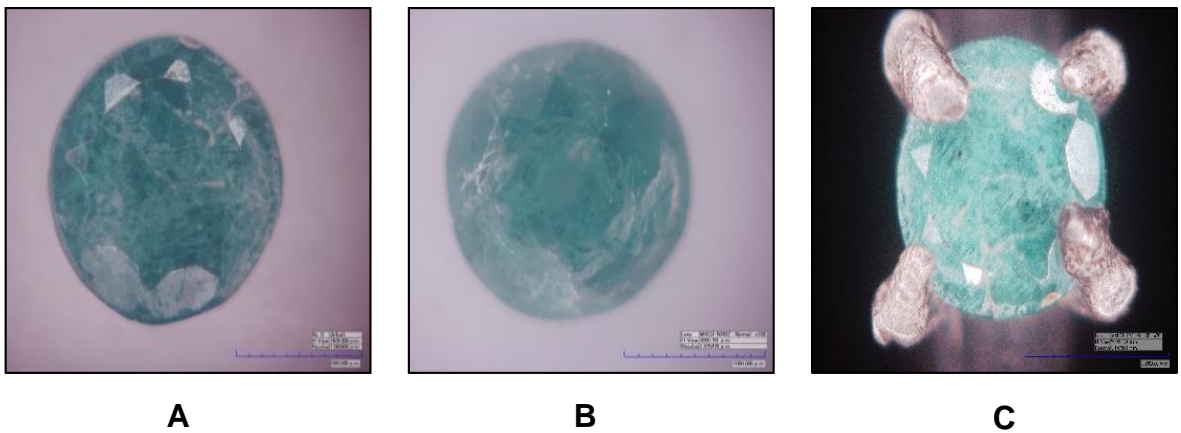


Figura 39: *Esmeralda 87 Tipo III*, usada en la fundición con aleación Ag-Cu (970°C) y con recubrimiento de circonita. A) Antes de la colada, cara frontal B) Antes de la colada, cara posterior C) Después de la colada, cara frontal.



Las esmeraldas afectadas con mayor severidad fueron aquellas a las que no se les aplicó el recubrimiento de circonita, **Figura 36** y **Figura 38**. Es de notar que los

daños más drásticos ocurrieron en las esmeraldas que estuvieron en contacto con la aleación de Plata-Cobre, es decir con una temperatura más alta, tal como se puede apreciar en la **Figura 38**, donde la esmeralda tiene un color casi totalmente blanco, nada característico de una esmeralda.

Los cambios en las esmeraldas también son consecuencia de la forma en la cual estas se ubicaron en la cera, en un principio el contacto entre el metal y la esmeralda debe ser el mínimo posible, lo que no ocurrió en los modelos fabricados para las fundiciones. Como se muestra en la **Figura 36**, **Figura 38** y **Figura 39**, el área de contacto de la interface esmeralda-metal es muy grande lo que ocasiona que la esmeralda absorba mayor cantidad de calor del metal líquido y sufra grandes daños.

5. CONCLUSIONES

- El revestimiento refractario con relación refractario/aglomerante 68/32 y con un contenido de 50mL de agua por 100 gramos de polvo, seleccionado a partir de sus propiedades de tiempo de vertido, tiempo de fraguado, permeabilidad y resistencia a la compresión, demostró ser apto para el proceso de microfundición a nivel de laboratorio para temperaturas de fundición incluso de 970 °C. Se afirma que el revestimiento es apto debido a su alta reproducción de detalles, capacidad contener el metal durante proceso y generar piezas, aunque simples en geometría y detalles, de muy buena calidad.
- La implementación del recubrimiento de circonita demostró proteger la esmeralda, sin embargo, se presentaron algunos defectos. Estas imperfecciones fueron principalmente producidas por las elevadas temperaturas, además del incorrecto diseño del pre-engaste, el cual presentaba una gran área de contacto en la interfaz metal-esmeralda.
- El desarrollo de un revestimiento para el proceso de microfundición a base de arena sílice natural promueve el uso de materia prima nacional, además de disminuir sustancialmente los costos de fabricación ya que la arena no requiere procesos previos de calcinación a altas temperaturas.
- La arena sílice calcinada no mostró buenos resultados en el proceso, ya que no soportó el tratamiento térmico debido a la presencia de cristobalita, que por su cambio de volumen produjo grietas que destruyeron el material.

6. RECOMENDACIONES

- Se recomienda la utilización de cuerpos molidores inertes de alta dureza en el proceso de conminución de la materia prima. Esto con el fin de garantizar una mayor pureza del material.
- Llevar a cabo un estudio exhaustivo sobre el proceso de tratamiento térmico de los revestimientos desarrollados en el presente proyecto, con el fin de determinar un diseño óptimo del mismo.
- Se recomienda continuar con el estudio de fabricación de revestimientos con la arena sílice calcinada a diferentes condiciones de temperatura y velocidad de calentamiento, con el fin de determinar la influencia que cada una de las formas polimórficas de la sílice tiene en las propiedades de los revestimientos.
- Se recomienda llevar a cabo una investigación en la que se profundice sobre la aplicación de diferentes recubrimientos, incluyendo el usado en este proyecto (zirconita), dada su evidente importancia en la protección de la esmeralda.
- Finalmente, se recomienda diseñar el pre-engaste de tal forma que la interfaz metal-esmeralda tenga la menor área de contacto posible.

REFERENCIAS

1. **Feinberg, Wilburt** . *Lost-wax casting, a practitioner's manual*. Londres : Intermediate Technology Publications Ltd, 1983. ISBN 0903031884.
2. **Sias, Fred R.** *Lost wax Casting: Old, new and inexpensive methods*. Pendleton : Woodsmere Press, 2005. ISBN 978-0967960005.
3. **Gremio de Joyeros, Plateros y Relojeros de Madrid.** *El arte del engastado*. [En línea] <http://www.gremiomadrid.org>.
4. **Menon, Ajit.** Setting the Standard. *Casting Gemstones in place*. [En línea] <http://www.srs-ltd.co.uk/>.
5. **Gavrilenko, Egor.** *Esmeraldas de los uralas (Rusias): Condiciones de formación y caracterización comparativa con las esmeraldas de otros orígenes*. Departamento de Ingeniería Geológica, Universidad Politécnica de Madrid. Madrid. 2003. Tesis doctoral.
6. *Effect of Cristobalite and Quartz on the Properties of Gypsum Bonded Investment.* **Yun-Jong , Kim, y otros.** 1, 2008, Journal of Materials Sciences & Technology, Vol. 24, págs. 143-144. ISBN 1005-0302.
7. **G. M, Ingo, y otros.** *Thermochemical and Microstructural study of CaSO₄ Bonded Investment As a Function of the Burnout Process Parameters*. Istituto di Chimica dei Materiali, Consiglio Nazionale delle Ricerche. Roma, Italia. 2000.
8. *The stability relations of the silica minerals.* **Fenner, Clarence Norman.** 214, 1 de Octubre de 1913, American Journal of Science, Vol. 36, págs. 331-384.
9. *Polymorphism of silica.* **S. J, Stevens, R. J, Hand y J. H, Sharp.** 11, 1 de Junio de 1997, Journal of Materials Science, Vol. 32, págs. 2929-2935.
10. **Carter, Ralph.** The Ganoksin Project. *Getting Optimum Performance From Your Casting Investment Powder*. [En línea] <http://www.ganoksin.com>.
11. **Phillips, Ralph W y Skinner, Eugene William.** *Skinner's science of dental materials*. Novena Edición. Estados Unidos : W B Saunders Co, 1991. ISBN 978-0721672229.

12. **ASTM International.** ASTM C472-99. *Standard Test Methods for Physical Testing of Gypsum, Gypsum Plasters and Gypsum Concrete.*

13. ASTM C1171. *Standard Test Method for Quantitatively Measuring the Effect of Thermal Shock and Thermal Cycling on Refractories.*

BIBLIOGRAFÍA

FEINBERG, W. Lost-wax casting, a practitioner's manual. Londres: Intermediate Technology Publications Ltd, 1983.

SIAS, Fred R. Lost wax casting: old, new and inexpensive methods. Pendleton: Woodsmere Press, 2005. ISBN 978-0967960005.

GAVRILENKO, Egor. Esmeraldas de los Urales (Rusia): Condiciones de formación y caracterización comparativa con las esmeraldas de otros orígenes. Tesis doctoral. Madrid: Universidad Politécnica de Madrid. Departamento de Ingeniería Geológica, 2003.

YUN-JONG, Kim. Effect of Cristobalite and Quartz on the Properties of Gypsum Bonded Investment. En: Journal of Materials Sciences & Technology. 2008. Vol. 24, no. 1, p. 143-144.

ANEXOS

ANEXO A: INSTRUMENTOS USADOS EN LABORATORIO

Anexo A. 1: Molino de Bolas JOY.



Anexo A. 2: Batidora usada para preparación de barbotinas, marca Oster.



Anexo A. 3: Aguja de Vicat de 1mm de diámetro y 300 gr de peso.



Anexo A. 4: Permeámetro Dieter AFS.

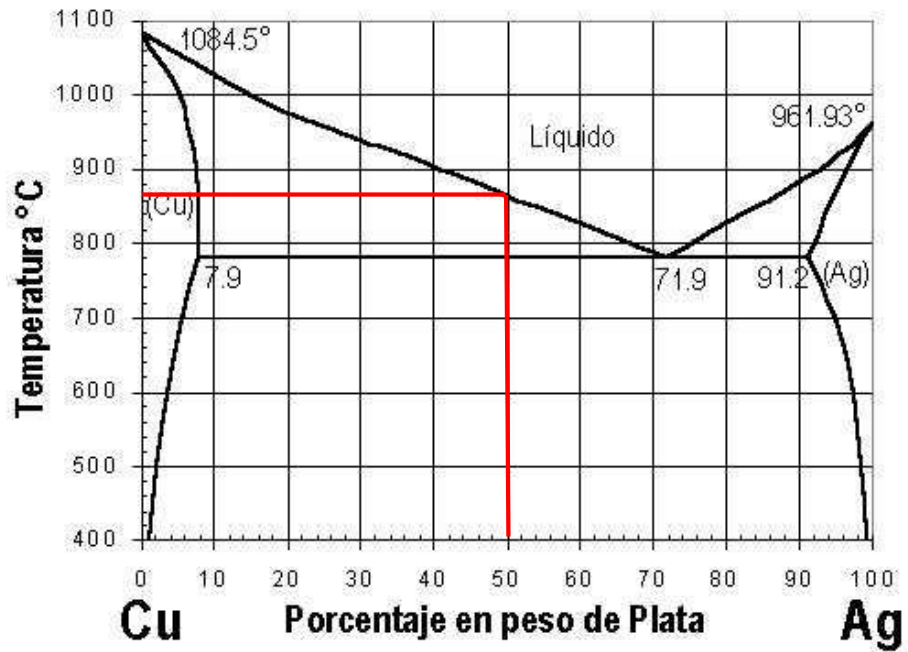


Anexo A. 5: Maquina de compresión de arenas.

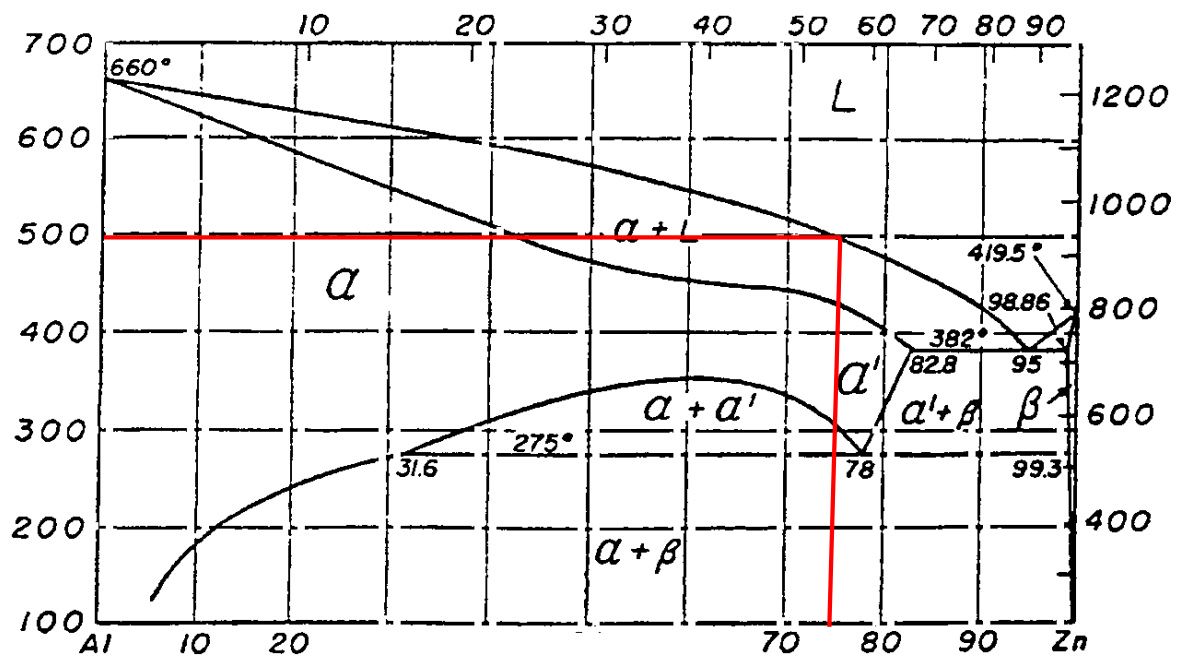


ANEXO B: DIAGRAMAS DE ESTABILIDAD DE FASES

Anexo B. 1: Diagrama de equilibrio de fases aleación 50% Ag - 50% Cu.



Anexo B. 2: Diagrama de equilibrio de fases aleación 75% Zn - 25% Al.



ANEXO C: DIFRACTOGRAMAS

Anexo C. 1: Difractograma del revestimiento 68/32 luego de ser sometido a tratamiento térmico

