

**OBTENCIÓN DE UN SILICATO POR CALCINACIÓN DE UN  
REVESTIMIENTO DE YESO PARA LA ELABORACIÓN DE MOLDES  
APLICADOS AL PROCESO DE LA CERA PERDIDA**

**FABIAN LEONARDO BARAJAS QUINTERO  
JUAN FELIPE DUARTE VILLAMIL**



**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE  
MATERIALES  
BUCARAMANGA  
2015**

**OBTENCIÓN DE UN SILICATO POR CALCINACIÓN DE UN  
REVESTIMIENTO DE YESO PARA LA ELABORACIÓN DE MOLDES  
APLICADOS AL PROCESO DE LA CERA PERDIDA**

**FABIAN LEONARDO BARAJAS QUINTERO  
JUAN FELIPE DUARTE VILLAMIL**

**Trabajo de Grado para optar por el título  
de Ingeniero Metalúrgico**

**DIRECTOR:  
ARNALDO ALONSO BAQUERO  
Ingeniero Metalurgico**



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

## **DEDICATORIA.**

Quiero dedicar el presente trabajo de grado de manera muy especial a mis Padres, Guillermo Duarte y Rosalba Villamil, quienes hacen posible este logro tras haberme brindado tanta confianza, apoyo y libertad para que recorriera este camino acompañado de mi gran pasión, el fútbol.

A mi Abuela Rosalba que con sus deliciosas comidas y particulares historias me animaron siempre a seguir adelante.

A la mujer que solo con verla llena mi vida de felicidad y motivación, Chiquitina, apareciendo en un momento importante de mi vida brindadome lo mas valioso que un hombre pueda tener, el amor.

A mis amigos del Barrio, que indirectamente y sin saberlo, con sus anécdotas y con buenos ratos me impulsaron cada momento.

Juan Felipe Duarte V.

## **DEDICATORIA**

Dedico el esfuerzo y desarrollo de esta tesis a mis padres Miguel Barajas, Blanca Quintero y mi Abuelo Andres Barajas por tan incondicional apoyo económico y emocional durante la realización de ella.

Fabián Leonardo Barajas Q.

## **AGRADECIMIENTOS.**

A Dios en primer lugar por Bendecirnos con la oportunidad de estudiar y culminar con éxito nuestra carrera.

A nuestros Padres, resaltando su amor y apoyo incondicional a lo largo de toda la carrera.

A los profesores de ingeniería metalúrgica por aportar su conocimiento con paciencia, dedicación y empeño formando personas capaces e integrales.

Al profesor Arnaldo Alonso Baquero por la confianza, paciencia e ideas brindadas en la realización del proyecto.

A los técnicos del laboratorio Ambrosio Carrillo, Javier Gaitan y Mario Navarrete por su desinteresada y valiosa ayuda en la ejecución de nuestros objetivos.

A la ingeniera Andrea Pabón Beltrán por su carisma y buena actitud, aportando soluciones a nuestros problemas cuando lo requerimos.

## TABLA DE CONTENIDO

	Pág
INTRODUCCIÓN .....	18
1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	19
2. OBJETIVOS.....	20
2.1. General.....	20
2.2. Específicos.....	20
3. MARCO REFERENCIAL.....	21
3.1. ESTADO DEL ARTE.....	21
3.2. MARCO TEORICO .....	23
4. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	28
4.1. CARACTERIZACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS.....	28
4.2. TRATAMIENTO TÉRMICO.....	29

4.3. ADAPTACIÓN DEL REVESTIMIENTO AL PROCESO DE LA CERA PERDIDA.....	53
4.4. CARACTERIZACIÓN DEL REVESTIMIENTO. ....	59
4.5. ELABORACIÓN DEL PROTOTIPO.....	66
5. CONCLUSIONES. ....	71
6. RECOMENDACIONES.....	73
7. OBSERVACIONES.....	74
8. CITAS . ....	75
BIBLIOGRAFÍA.....	77
<b>ANEXOS.....</b>	<b>78</b>

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
Figura 1. Esmeralda.....	23
Figura 2. Árbol de cera .....	23
Figura 3. Prengaste de gemas.....	24
Figura 4. Prengaste de gemas en modelos en cera .....	24
Figura 5. Sistema de SiO <sub>2</sub> -CaO .....	26
Figura 6. Foto de la mezcla del nuevo revestimiento 100gpolvo/40ml de agua.....	55
Figura 7. Foto de la mezcla del nuevo revestimiento 100gpolvo/70ml de agua.....	55
Figura 8. Nuevo revestimiento usando yeso Kerr tipo II como aglomerante.....	56
Figura 9. Nuevo revestimiento con Silicato de sodio 3.0-3.5. ....	57
Figura 10. Mezcla del nuevo revestimiento Silicato de sodio 1.8-2.3.....	58
Figura 11. Permeámetro eléctrico .....	60
Figura 12. Máquina universal de ensayos .....	61
Figura 13. Momento donde se está determinando el tiempo de trabajo .....	62
Figura 14. Micrografía SEM tomada al nuevo revestimiento a 500 micrometros...63	
Figura 15. Micrografía SEM tomada al nuevo revestimiento a 20 micrometros.....64	
Figura 16. Micrografía SEM tomada al nuevo revestimiento a 20 micrometros.....65	
Figura 17. Foto de elementos utilizados para elaborar el revestimiento .....	67
Figura 18. Árbol de modelos elaborado en cera .....	67
Figura 19. Inmersión del revestimiento nuevo y cilindro para microfundicion .....	68
Figura 20. Mufla eléctrica usada para el tratamiento térmico antes de la colada. .68	

Figura 21. Prototipo logrado usando el nuevo revestimiento. ....69

Figura 22. Vista superior del molde luego de la colada del metal. ....69

Figura 23. Molde luego de la colada del metal manchas negras. ....70

## LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso comercial.....	28
Tabla 2. Datos de la permeabilidad del revestimiento de yeso comercial .....	29
Tabla 3. Datos obtenidos por DRX muestra de yeso 850°C, E1.....	32
Tabla 4. Datos obtenidos por DRX muestra de yeso 850°C, E2.....	33
Tabla 5. Datos obtenidos por DRX muestra de yeso 850°C, E3.....	34
Tabla 6. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 850°C, E4.....	35
Tabla 7. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 900°C, E1.....	36
Tabla 8. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 900°C, E2 .....	37
Tabla 9. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 900°C, E3 .....	38
Tabla 10. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 900°C, E4 .....	39
Tabla 11. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 1000°C, E1 .....	40
Tabla 12. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 1000°C, E2.....	41
Tabla 13. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 1000°C, E3.....	42
Tabla 14. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 1000°C, E4.....	43
Tabla 15. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 1100°C, E1 .....	44
Tabla 16. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 1100°C, E2 .....	45
Tabla 17. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 1100°C, E3.....	46
Tabla 18. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 1100°C, E4.....	47
Tabla 19. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 1200°C, E1 .....	49
Tabla 20. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 1200°C, E2.....	50

Tabla 21. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso 1200°C, E3.....	51
Tabla 22. Valores de permeabilidad según norma AFS.....	60
Tabla 23. Valores de resistencia a la compresión en seco.....	61
Tabla 24. Valores de diametro del tamaño de poro .....	63
Tabla 25. Valores porcentaje en peso y masa atómica en la zona clara .....	64
Tabla 26. Valores porcentaje en peso y masa atómica .....	65

## LISTA DE GRÁFICAS

	Pág
Gráfica 1. Tratamiento térmico de calcinación a 850°C, E1.....	32
Gráfica 2. Tratamiento térmico de calcinación a 850°C, E2.....	33
Gráfica 3. Tratamiento térmico de calcinación a 850°C, E3.....	34
Gráfica 4. Tratamiento térmico de calcinación a 850°C, E4.....	35
Gráfica 5. Tratamiento térmico calcinación a 900°C, E1.....	36
Gráfica 6. Tratamiento térmico calcinación a 900°C, E2.....	37
Gráfica 7. Tratamiento térmico calcinación a 900°C, E3.....	38
Gráfica 8. Tratamiento térmico calcinación a 900°C, E4.....	39
Gráfica 9. Tratamiento térmico calcinación a 1000°C, E1.....	40
Gráfica 10. Tratamiento térmico calcinación a 1000°C, E2.....	41
Gráfica 11. Tratamiento térmico calcinación a 1000°C, E3.....	42
Gráfica 12. Tratamiento térmico de calcinación a 1000°C, E4.....	43
Gráfica 13. Tratamiento térmico de calcinación a 1100°C, E1.....	44
Gráfica 14. Tratamiento térmico de calcinación a 1100°C, E2.....	45
Gráfica 15. Tratamiento térmico de calcinación a 1100°C, E3.....	46
Gráfica 16. Tratamiento térmico de calcinación a 1100°C, E4.....	47
Gráfica 17. Tratamiento térmico de calcinación a 1200°C, E1.....	48
Gráfica 18. Tratamiento térmico de calcinación a 1200°C, E2.....	49
Gráfica 19. Tratamiento térmico de calcinación a 1200°C, E3.....	50
Gráfica 20. Comparación del porcentaje de fases presentes .....	51
Gráfica 21. Tratamiento térmico de secado para probetas .....	59

## LISTA DE ANEXOS

	<b>Pág</b>
<b>Anexo A.</b> Informe de difracción de rayos $-x$ , muestras de yeso kerr tipo 2 con tratamiento térmico.....	78
<b>Anexo B.</b> Tratamientos térmicos del proyecto de grado: Estudio de las variables que regulan el tratamiento térmico del yeso y su adaptación al método de pre-engaste de las esmeraldas colomibanas.....	84
<b>Anexo C.</b> Ficha técnica del silicato de sodio.....	85
<b>Anexo D.</b> Resultados del ensayo de viscosidad dinámica.....	86
<b>Anexo E.</b> Resultado EDS de microscopía electrónica de barrido SEM).....	87

## RESUMEN

**TÍTULO:** OBTENCIÓN DE UN SILICATO POR CALCINACIÓN DE UN REVESTIMIENTO DE YESO PARA LA ELABORACIÓN DE MOLDES APLICADOS AL PROCESO DE LA CERA PERDIDA.\*

**AUTORES:** QUINTERO BARAJAS, Fabián Leonardo; DUARTE VILLAMIL, Juan Felipe. \*\*

**PALABRAS CLAVE:** Relación agua-polvo, Compresión en seco, Viscosidad dinámica, permeabilidad, aglomerante, silicatos.

### DESCRIPCIÓN:

Las necesidades presentes en la industria de la joyería, actualmente promueven la búsqueda exhaustiva de soluciones que permitan llevar a cabo las técnicas que allí se implementan, de tal manera que sea posible aprovechar los recursos y materias primas sin producir defectos que afecten la calidad de la pieza; de esta forma, en el proceso de la cera perdida las temperaturas que superan los 800°C con prolongados tiempos de permanencia dentro del horno, generan daños en las gemas que no son aceptables en las piezas de joyería elaboradas mediante esta técnica.

La calcinación del revestimiento de yeso comercial y la obtención de silicatos, hicieron posible la aparición de fases estables térmicamente y la obtención de un revestimiento totalmente refractario libre de azufre que necesitaba de un aglomerante para lograr producir una mezcla fluida con propiedades de resistencia a la compresión en seco y permeabilidad que hicieran posible la creación de moldes para el proceso de la cera perdida, es así como se realizaron ensayos con diferentes sustancias para elegir una que permitiera que el nuevo revestimiento fuera implementado en este proceso.

Con el nuevo revestimiento logrado, y luego de caracterizar las propiedades del mismo, se realizó un prototipo donde se evaluó su comportamiento mediante los defectos obtenidos en la pieza luego de la fundición.

---

\* Trabajo de grado en investigación

\*\* Facultad de ingenierías físico-químicas, escuela de ingeniería metalúrgica y Ciencia de Materiales  
Director: Arnaldo Alonso Baquero.

## ABSTRACT

**TITLE:** OBTAINING BY CALCINING SILICATE COATING PLASTER MOLDS FOR MAKING PROCESS APPLIED TO THE LOST WAX \*.

**AUTHORS:** QUINTERO BARAJAS, Fabian Leonardo; DUARTE Villamil, Juan Felipe. \*\*

**KEYWORDS:** water-powder ratio, dry compression, Dynamic viscosity, permeability, binder, silicates.

### DESCRIPTION:

Present needs in the jewelry industry, currently promoting comprehensive search for solutions to carry out the techniques that are implemented there, so that possible use of resources and raw materials without producing defects affecting quality piece; thus, in the lost wax process temperatures exceeding 800 ° C with long residence times within the furnace, generate damage the gems are not acceptable in the jewelry made by this technique.

Calcining the gypsum and coating commercial obtaining silicates, made possible the development of thermally stable phases and obtaining a completely free sulfur refractory lining of a binder needed to achieve a fluid mixture to produce properties compressive strength Dry and permeability that make it possible to create molds for the lost wax process, so as tests with various substances were made to choose one that would allow the new coating were implemented in this process.

With the new coating is achieved, and then characterize the properties thereof, a prototype where its performance was evaluated by the defects obtained in the piece after casting was performed.

---

\* Research work

\*\* Faculty of physico-chemical engineering, metallurgical engineering school and Materials Science  
Director: Arnaldo Alonso Baquero.

## INTRODUCCIÓN

La mejora continua, como objetivo inherente al ser humano, ha estado presente por décadas en la civilización, es así como paso a paso nuevas invenciones son un modelo y una base inminente para el cambio. Durante años la industria de la joyería en Colombia ha logrado evolucionar implementando técnicas como la cera perdida en la obtención de joyas cada vez con mejor terminados y con detalles precisos, esto conlleva el aprovechamiento de los recursos naturales incluyendo todo tipo de gemas en este proceso.

La gran mayoría de gemas se afectan en sus características al exponerlas a tiempos prolongados con altas temperaturas, por ello se busca implementar un nuevo revestimiento que no requiera de un tratamiento térmico prolongado para evitarle a la gema este calentamiento, el único calentamiento que va a soportar la gema es el procedente en el momento de la colada. Por eso se implementa un tratamiento de calcinación al yeso tradicional, que permite modificar las propiedades químicas y físicas (fases) generando características idóneas; tomando como base este concepto y combinando estratégicamente temperatura y permanencia en el horno se espera obtener un revestimiento con características refractarias que pueda ser adaptado al proceso de la cera perdida.

## 1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El proceso de micro-fundición a la cera perdida es un método de tradición, en el cual se fabrican piezas con geometrías complejas a través de moldes patrones los cuales son copiados en cera, posterior a esto son cubiertos con un revestimiento y finalmente se realiza un calentamiento para eliminar la cera y realizar la colada del metal.

El pre-engaste de gemas se fundamenta en incrustarlas antes del llenado del molde para así en el momento de la colada la gema salga incrustada directamente en la pieza metálica y con esto evitar el tradicional proceso de engaste.

En el pre- engaste de gemas en el proceso de cera perdida, la gema es sometida a prolongados periodos y elevadas temperaturas que oscilan entre los 650 a 750 °C, esto tiene como resultado la decoloración, fractura y desgaste de la gema. Situación que obliga a buscar una alternativa para mantener en buenas condiciones la gema.

El presente trabajo de grado busca realizar un tratamiento térmico al yeso tradicional antes de realizar el pre-engaste para evitar que la gema sea sometida a prolongados tiempos y altas temperaturas, esto se logrará mediante la transformación de la liga sulfato por calcinación para obtener el compuesto  $\text{CaOSiO}_2$  con el fin de crear un nuevo revestimiento con mejores características térmicas para ser aplicado en el proceso de la cera perdida.

## **2. OBJETIVOS.**

### **2.1. OBJETIVO GENERAL**

Lograr mediante la calcinación total del revestimiento de yeso la obtención de un silicato ( $\text{Ca}_x\text{SiO}_{x+2}$ ) para la fabricación de moldes aplicados al proceso de la cera perdida.

### **2.2. Objetivos Específicos.**

- 1) Valorar por calcinación la transformación de la anhidrita ( $\text{CaSO}_4$ ) presente en el recubrimiento en función de la temperatura y del tiempo, y su combinación con la sílice para el nuevo refractario.
- 2) Evaluar la permeabilidad y la resistencia a la compresión en seco del nuevo revestimiento con liga silicato.
- 3) Determinar por medio de la colada de prototipos de pieza, el comportamiento del nuevo revestimiento, aplicado al proceso de la cera perdida.

### 3. MARCO REFERENCIAL

#### 3.1. ESTADO DEL ARTE

El yeso se originó hace 200 millones de años como resultado de la formación de depósitos marinos cuando parte de lo que ahora son nuestros continentes eran inmensas extensiones oceánicas. Durante este período algunos mares se secaron dejando lechos de yeso que se recubrieron para ser descubiertos posteriormente por el hombre. De esta forma, este material es uno de los más antiguos usados en construcción durante diferentes periodos de tiempo y culturas alrededor del mundo, desde el periodo Neolítico, con el dominio del fuego, pasando por el Antiguo Egipto, durante el tercer milenio A.C. en la construcción de las pirámides de Guiza, entre otros, hasta llegar a nuestra época donde sigue siendo de gran importancia y es aplicado en procesos cada vez más innovadores como es el caso del proceso de cera perdida.

En la época del renacimiento muchos artistas tomaron el yeso para realizar obras de arte por ser fácil tallarlo debido a su baja dureza. Los artistas podían desarrollar una obra decorativa o figurativa, extensa o en relieve, una estatua colosal para el exterior o una pequeña medalla. [1].

El proceso utilizado en fundición denominado cera perdida es un proceso que data del siglo VI A.C. Los primeros en utilizar esta técnica fueron los griegos y perfeccionado por los chinos en el siglo II a.C. la técnica de fundición a la cera perdida no ha cambiado mucho desde sus inicios hasta ahora. En el siglo III se estandariza el método indirecto o molde por piezas, que consiste en sacar el molde de la pieza original, posteriormente vaciado de la cera, promoviendo así la reproducción en serie.

Hacia los años 1986 Pascal Vaucher se le ocurrió la idea de ajustar los agujeros para las piedras encajaran de antemano en el molde, el engastado podría pasar de

ser una actividad totalmente artesanal a un proceso semi-industrializado. En vez de realizar el proceso tradicional en el cual engastador perforaba cada hoyo individual, ajustaba la piedra y luego doblaba la parte posterior del metal para mantenerla en su lugar. [2].

Aunque este proceso presenta algunas dificultades al pre-engastar las piedras preciosas sufre cambios de color, fractura y desgaste.

La esmeralda es una piedra preciosa perteneciente al grupo del berilo ( $\text{Be}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_3)_6$ ), caracterizada por su color verde, que puede ir desde el verde pálido, hasta un extraordinario color verde intenso. A pesar de su dureza que se acerca al 8 en la escala de Mosh, la esmeralda es una gema frágil y delicada porque suele poseer multitud de inclusiones, conocidas como "jardín". En muchos casos, estas inclusiones son fracturas internas que las hacen delicadas a cambios bruscos de temperaturas

El nombre esmeralda viene de la palabra latina smaragdus que significa verde. Así como sucede con los colores del arco iris, el enriquecido verde de la esmeralda se centra dentro de su tesoro de tonalidades de piedras en los colores más preciosos del mundo. Por más de 4,000 años, la esmeralda ha sido la gema más apetecida por los reyes, por ejemplo, Cleopatra atesoraba sus esmeraldas más que otras piedras preciosas. [3].

*Figura 1. Esmeralda. [4].*



### 3.2. MARCO TEÓRICO

- **Cera perdida.** El proceso consiste en duplicar el molde con cera desde un modelo fijo, el modelo duplicado en cera es denominado árbol de cera, el árbol de cera se cubre con un revestimiento cerámico y luego se someta un ciclo térmico para eliminar la cera por fusión y mejorar el molde para la colada.

*Figura 2. Árbol de cera .[4]*



- **Engaste.** El proceso de engastar consiste en montar una piedra preciosa en un collarin metálico esto se realiza calentando las salientes del collarin y ajustándolos a las piedras, este proceso es complicado y requiere tiempo y una una gran habilidad del artesano.

*Figura 3. Prengaste de gemas. [4]*



- **Pre engaste.** Lo que se desea con el proceso de pre engaste consiste en montar la gema en el árbol de cera para asi al realizar la colada del metal esta quede directamente montada en el collarin.

*Figura 4. Prengaste de gemas en modelos en cera. [4]*



- **Permeabilidad.** La permeabilidad se define como la propiedad física de la masa moldeada de la mezcla que permite que el gas pase a través de ella. [5]

La velocidad con la que el fluido (gas) atraviesa el material depende de tres factores básicos:

- La porosidad del material.
- La densidad del fluido, afectada por su temperatura.
- La presión a que está sometido el fluido.

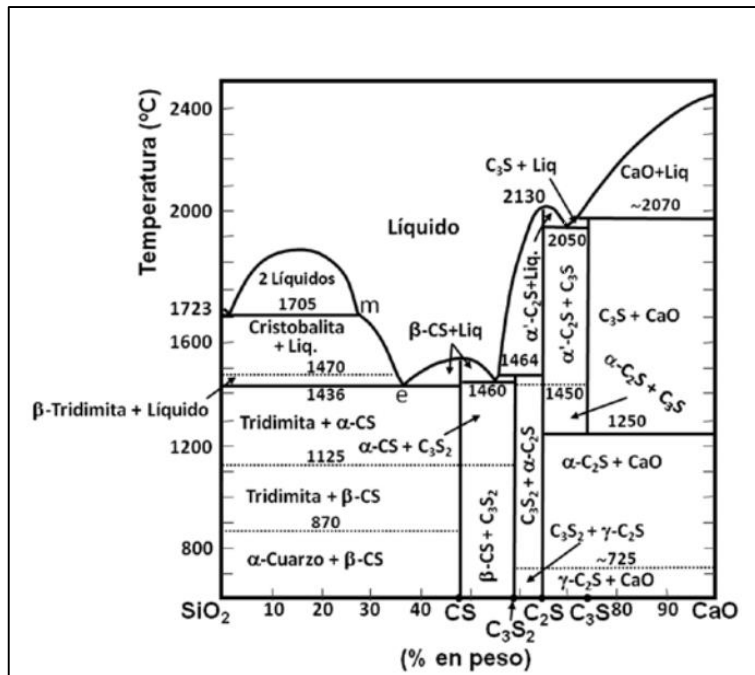
Para que un material sea permeable, éste debe ser poroso, es decir, debe contener cavidades vacías o poros que le permitan absorber fluido. Así mismo, estas cavidades deben estar enlazadas para acondicionar caminos para que el fluido pase a través del material.

- **Yeso.** El yeso es el revestimiento mas usado en la micro- fundición, debido a que este tiene un buen copiado del molde por su granulometria fina. Su composición consiste de una mezcla de 25- 30% de sulfato de calcio dihidratado  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (yeso) que actúa como aglutinante, y 70- 75% se sílice, como material refractario en forma de cuarzo.
- **Tratamiento térmico por calcinación.** La calcinación es un proceso de tratamiento térmico en ausencia de aire aplicada a los minerales y otros materiales sólidos para llevar a cabo una descomposición térmica, transición de fase, o la eliminación de una fracción volátil. El proceso de calcinación se lleva a cabo normalmente a temperaturas inferiores al punto de fusión de los materiales del producto. La calcinación no es el

mismo proceso que tostado. En asar, reacciones gas-sólido más complejas tienen lugar entre la atmósfera del horno y los sólidos. [6]

En el presente trabajo se desea realizar una transformación del  $\text{SiO}_2$ , pasando de cuarzo a tridimita con una temperatura que oscila entre 870 y 1125 grados  $^{\circ}\text{C}$ , ver figura 5, al igual que hacer reaccionar el Ca con silicio libre para formar una liga silicato.

**Figura 5. Sistema de  $\text{SiO}_2$ -CaO [7].**



- Wollastonita y pseudowollastonita.** La wollastonita es un mineral del grupo VIII denominado silicatos  $\text{CaSiO}_3$ . Tiene su origen en procesos metamórficos hidrotermales sobre sedimentos de calizas mezcladas con sílice, transformándose de la siguiente forma:

Talco —• tremolita —• diópsido —• forsterita —• wollastonita.

Estos depósitos son escasos, por lo cual se realiza una síntesis entre el  $\text{CaO}$  y  $\text{SiO}_2$  a temperaturas entre 850 y 1300 °C, esto dependiente de la cantidad de  $\text{CaO}$  suministrada. La pseudowollastonita es un polimorfo de la wollastonita obtenido a altas temperaturas y tiempos prolongados a dichas temperaturas su fórmula química es  $\text{Ca}_3(\text{SiO}_3)_3$ . Estos minerales son utilizados en la industria cerámica por presentar buena propiedad refractaria, como fundente para fundiciones y ha remplazado el asbesto por ser clasificado como un mineral sin riesgo para la salud. [7].

- **Compresión en frío.** El ensayo de compresión se realiza para determinar las propiedades de un material frente a una sollicitación axial negativa. Sollicitación que pretende comprimir la probeta de ensayo. El fin del ensayo de compresión puede ser determinar las propiedades de un material o el comportamiento de un componente o sistema completo frente a una sollicitación externa.
- **Silicato de sodio.** El silicato de sodio es una sustancia inorgánica compuesta primordialmente por óxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ) y óxido de sodio ( $\text{Na}_2\text{O}$ ). El silicato de sodio es utilizado como aglomerante en la fabricación de moldes para fundición de metales ferrosos y no ferrosos, los moldes fabricados con este tipo de aglomerante presentan buenas propiedades de dureza y permeabilidad. El silicato de sodio disponible en el mercado es de tipo comercial y prácticamente es un vidrio soluble que es utilizado en la preparación de jabones. Para la aplicación en moldes de fundición es necesario adaptarlo aumentando la concentración de  $\text{Na}_2\text{O}$  para que actúe como inhibidor en la formación de una película de gel y pueda recubrir todos los granos de  $\text{SiO}_2$ . [8].

## 4. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

### 4.1. CARACTERIZACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS.

- **Análisis por Difracción de rayos X del yeso Kerr tipo II.**

*Tabla 1. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II. Ver anexo 1.*

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	36.6% (0.1)	36.89%
Ca ( S O <sub>2</sub> ) ( H <sub>2</sub> O ) <sub>2</sub>	Yeso	25.7 % (0.1)	25.9%
Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	36.9 % (0.1)	37.2
<b>Total Cristalino</b>	99.2 %		
<b>Amorfos y otros</b>	0.8 %		

- **Permeabilidad del yeso para diferentes relaciones agua/yeso.** La permeabilidad para el revestimiento de yeso comercial es determinada por el proyecto de grado “Estudio de las Variables Que Regulan el Tratamiento térmico del Yeso y su Adaptación al Método de Pre Engaste de las Esmeraldas Colombianas”, donde realizaron nueve tratamientos térmicos, los más usados en joyería, para el calentamiento del molde antes de realizar la colada. [9].

**Tabla 2. Datos de la permeabilidad del revestimiento de yeso comercial [9]**

<b>Tratamiento térmico</b>	<b>Permeabilidad AFS</b>
1	5.4
2	5.4
3	5.3
4	5.2

Los anteriores valores de permeabilidad registrados en la tabla 2 hacen referencia a 9 tratamientos tradicionales exitosos usados en joyería con yeso Kerr tipo II con una relación de 40/100 (ver anexo 2), los cuales se tomaran como parámetro de comparación en los ensayos de permeabilidad realizados al material que se desea obtener.

- **Tiempo de trabajo.** Se realizaron ensayos con el fin de determinar el tiempo que tarda la mezcla en perder su propiedad de fluidez, se llevó a cabo colando la mezcla de un vaso a otro contando 15 segundos antes de la colada hasta que la mezcla ya no se deslizara por si sola. El tiempo que se obtuvo realizando tres veces este ensayo fue de 8 minutos.

#### **4.2. TRATAMIENTO TÉRMICO.**

Con el objetivo de transformar la liga sulfato que tiene el revestimiento de yeso se establecieron cinco temperaturas referenciadas por la literatura; 850, 900, 1000, 1100 y 1200 °C variando el tiempo de permanencia en cada una.

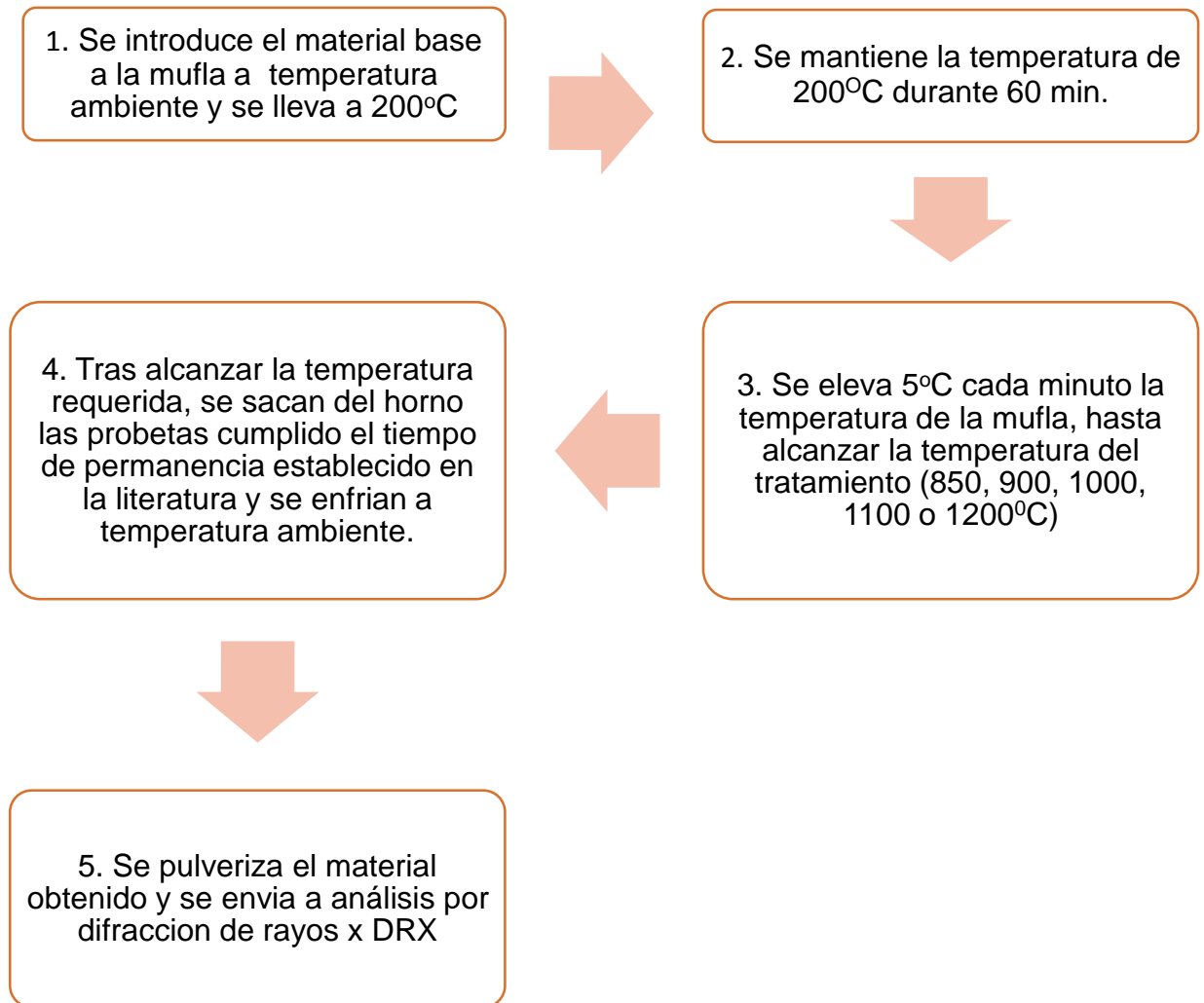
▪ **Procedimiento.**

- ✓ N° de probetas por ensayo: 4
- ✓ Peso de la probeta: 125 g
- ✓ Forma de la probeta: cilíndrica
- ✓ Dimensión de la probeta: diámetro 50.8 mm, altura 50.8 mm.

**Desarrollo:** Se prepararon 500 g de yeso comercial tipo 2 (Kerr), con una relación agua/revestimiento de 40/100, con una agitación de 1800 RPM.

Las etapas del tratamiento térmico sufrido por las probetas se indican a continuación.

## Diagrama de flujo 1. Etapas del tratamiento térmico escogido



- Tratamiento térmico hasta 850 °C.

➤ **Etapa 1. Variables: Temperatura: 850°C, Tiempo: 1h.**

**Gráfica 1 Tratamiento térmico de calcinación a 850°C, una hora de permanencia.**



**Tabla 3. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 850°C a una hora de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	36.9% (0.1)	40.32%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	27.2 % (0.1)	29.72%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	27.4 % (0.1)	29.95%
<b>Total Cristalino</b>	91.5 %		
<b>Amorfos y otros</b>	8.5 %		

➤ **Etapa 2. Variables: Temperatura: 850°C, Tiempo: 2h.**

**Gráfica 2. Tratamiento térmico de calcinación a 850°C, dos horas de permanencia.**



**Tabla 4. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 850°C a dos horas de permanencia después de dicha temperatura ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	41.4.% (0.1)	42.6%
Ca ( SO <sub>2</sub> )	Anhidrita	27.2 % (0.1)	28%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	27.4 % (0.1)	28.2%
<b>Total Cristalino</b>	97.2 %		
<b>Amorfos y otros</b>	2.8 %		

➤ **Etapa 3. Variables: Temperatura: 850°C, Tiempo: 3h.**

**Gráfica 3. Tratamiento térmico de calcinación a 850°C, tres horas de permanencia.**



**Tabla 5. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 850°C a tres horas de permanencia después de dicha temperatura ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	33.9.% (0.1)	36.6%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	25.6 % (0.1)	26.86%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	35.8 % (0.1)	39.41%
<b>Total Cristalino</b>	95.3 %		
<b>Amorfos y otros</b>	4.7 %		

➤ **Etapa 4. Variables: Temperatura: 850°C, Tiempo: 4h.**

**Gráfica 4. Tratamiento térmico de calcinación a 850°C, cuatro horas de permanencia.**



**Tabla 6. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 850°C a cuatro horas de permanencia después de dicha temperatura ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	36.5% (0.1)	36.6%
Ca ( SO <sub>2</sub> )	Anhidrita	24.1 % (0.1)	24.17%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	39.1 % (0.1)	39.2%
<b>Total Cristalino</b>	99.7 %		
<b>Amorfos y otros</b>	0.3 %		

- Tratamiento térmico hasta 900 °C

➤ **Eta**pa 1. Variables: Temperatura: 900°C, Tiempo: 1h.

**Gráfica 5. Tratamiento térmico de calcinación a 900°C, una hora de permanencia.**



**Tabla 7. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 900°C a una hora de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	33.2% (0.1)	36.44%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	22.6% (0.1)	24.80%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	35.3 % (0.1)	38.74%
<b>Total Cristalino</b>	91.1 %		
<b>Amorfos y otros</b>	8.9%		

➤ **Etapa 2. Variables: Temperatura: 900°C, Tiempo: 2h.**

**Gráfica 6. Tratamiento térmico de calcinación a 900°C, dos horas de permanencia**

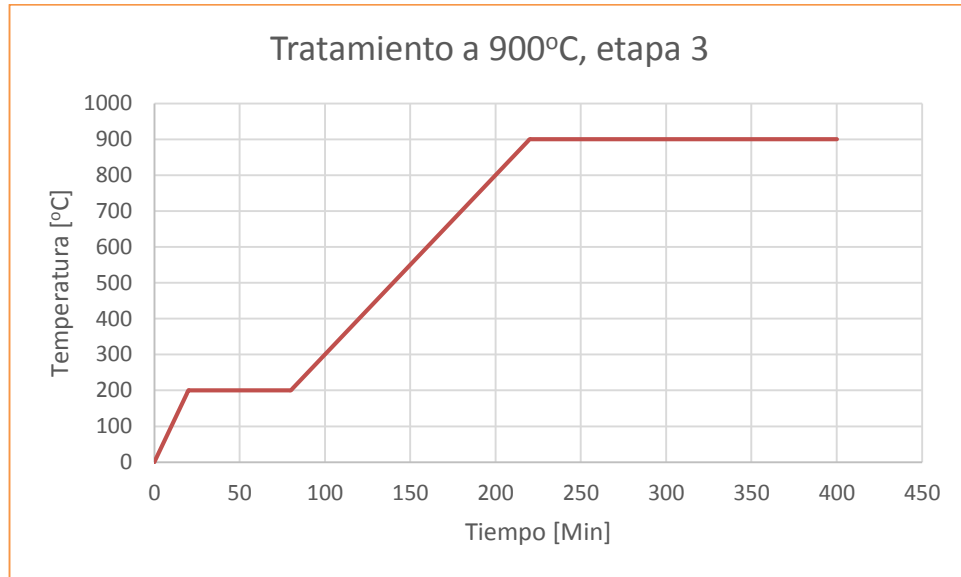


**Tabla 8. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 900°C a dos horas de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	36.4% (0.1)	36.9%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	23.3 % (0.1)	23.63%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	38.9 % (0.1)	39.45%
<b>Total Cristalino</b>	98.6 %		
<b>Amorfos y otros</b>	1.4 %		

➤ **Etapa 3. Variables: Temperatura: 900°C, Tiempo: 3h.**

**Gráfica 7. Tratamiento térmico de calcinación a 900°C, tres horas de permanencia.**

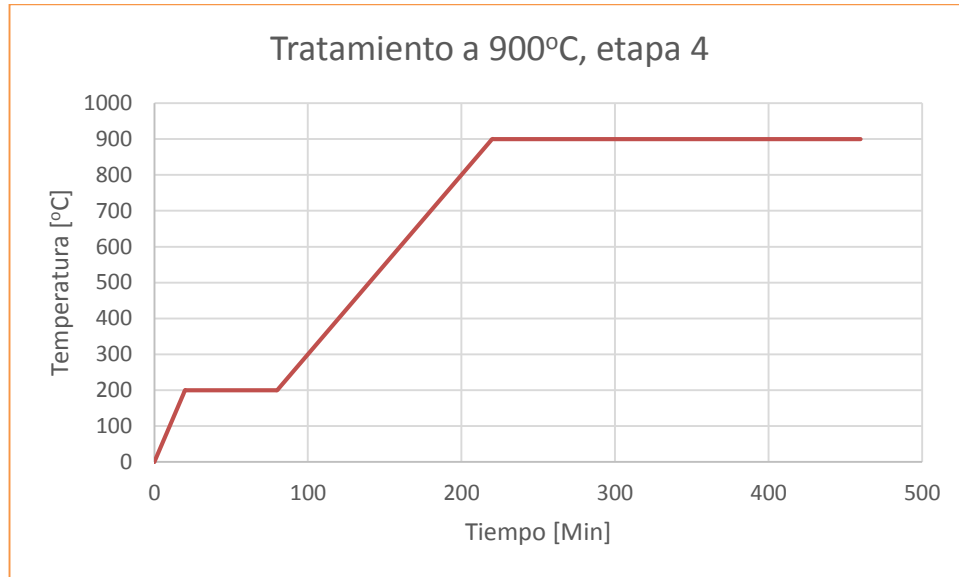


**Tabla 9. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 900°C a tres horas de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	37.5% (0.1)	38.5%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	22.0 % (0.1)	22.58%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	37.9 % (0.1)	38.91%
<b>Total Cristalino</b>	97.4 %		
<b>Amorfos y otros</b>	2.6 %		

➤ **Etapa 4. Variables: Temperatura: 900°C, Tiempo: 4h.**

**Gráfica 8. Tratamiento térmico de calcinación a 900°C, cuatro horas de permanencia.**



**Tabla 10. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 900°C a cuatro horas de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	36.5% (0.1)	37.47%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	23.6 % (0.1)	24.22%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	38.8 % (0.1)	39.83
<b>Total Cristalino</b>	97.4 %		
<b>Amorfos y otros</b>	2.6 %		

- Tratamiento térmico hasta 1000 °C.

➤ **Eta**pa 1. Variables: Temperatura: 1000°C, Tiempo: 1h.

**Gráfica 9. Tratamiento térmico de calcinación a 1000°C, una hora de permanencia.**



**Tabla 11. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 1000°C a una hora de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	35.4% (0.1)	37.65%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	19.4 % (0.1)	20.63%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	39.2 % (0.1)	41.7%
<b>Total Cristalino</b>	94.0 %		
<b>Amorfos y otros</b>	6.0 %		

- **Etapa 2. Variables: Temperatura: 1000°C, Tiempo: 2h.**

**Gráfica 10. Tratamiento térmico de calcinación a 1000°C, dos horas de permanencia.**

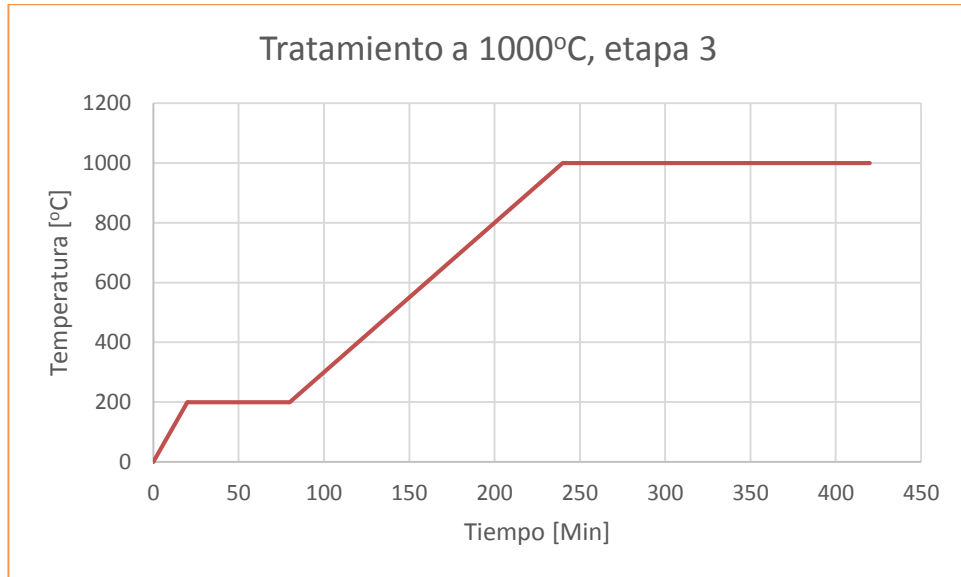


**Tabla 12. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 1000°C a dos horas de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	34.9% (0.1)	36.58%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	21.2 % (0.1)	22.22%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	39.3 % (0.1)	41.19%
<b>Total Cristalino</b>	95.4 %		
<b>Amorfos y otros</b>	4.6 %		

➤ **Etapa 3. Variables: Temperatura: 1000°C, Tiempo: 3h.**

**Gráfica 11. Tratamiento térmico de calcinación a 1000°C, tres horas de permanencia.**

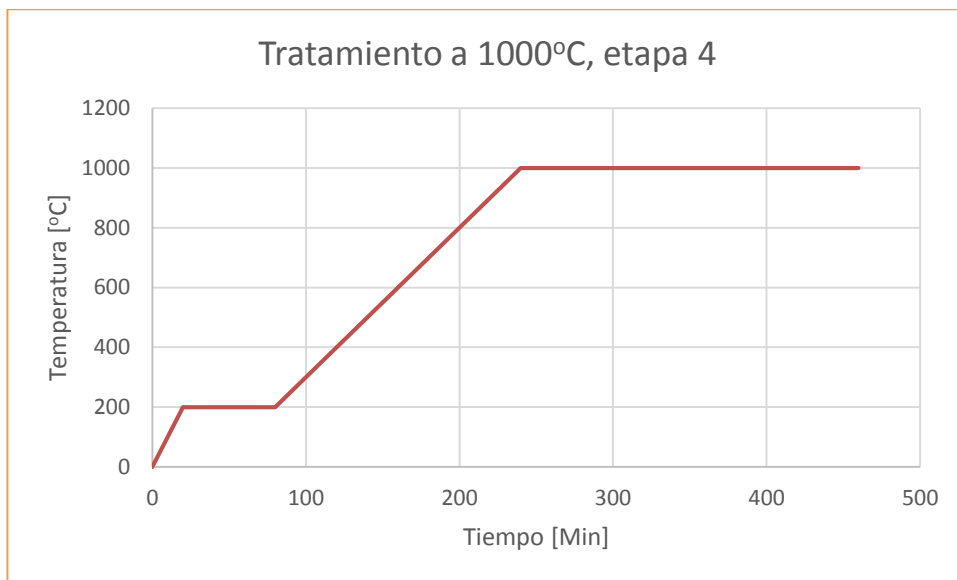


**Tabla 13. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 1000°C a tres horas de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	33.6% (0.1)	35.25%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	21.2 % (0.1)	22.24%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	40.5 % (0.1)	42.49%
<b>Total Cristalino</b>	95.3 %		
<b>Amorfos y otros</b>	4.7 %		

➤ **Etapa 4. Variables: Temperatura: 1000°C, Tiempo: 4h.**

**Gráfica 12. Tratamiento térmico de calcinación a 1000°C, cuatro horas de permanencia.**



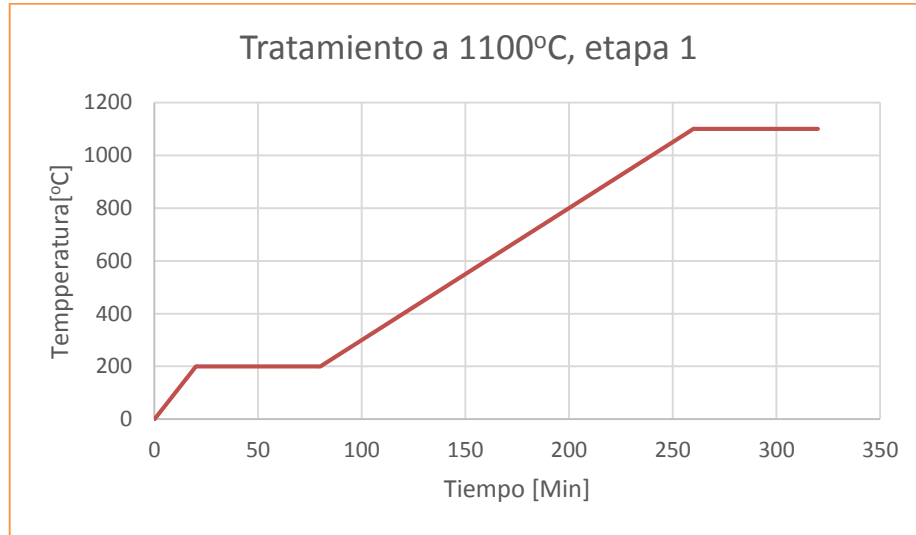
**Tabla 14. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 1000°C a cuatro horas de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	33.9% (0.1)	34.6%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	21.0 % (0.1)	21.49%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	42.8 % (0.1)	43.8%
Ca <sub>3</sub> ( SiO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Pseudowollastonita	N.C	
<b>Total Cristalino</b>	97.7 %		
<b>Amorfos y otros</b>	2.3 %		

- Tratamiento térmico hasta 1100 °C.

➤ **Etapa 1. Variables: Temperatura: 1100°C, Tiempo: 1h.**

**Gráfica 13. Tratamiento térmico de calcinación a 1100°C, una hora de permanencia.**



**Tabla 15. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 1100°C a una hora de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	30.9% (0.1)	32.52%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	19.9 % (0.1)	20.94%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	42.9 % (0.1)	45.15%
Ca <sub>3</sub> ( Si O <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Pseudowollastonita	<1 %	<1 %
<b>Total Cristalino</b>		95 %	
<b>Amorfos y otros</b>		5 %	

➤ **Etapa 2. Variables: Temperatura: 1100°C, Tiempo: 2h.**

**Gráfica 14. Tratamiento térmico de calcinación a 1100°C, dos horas de permanencia.**

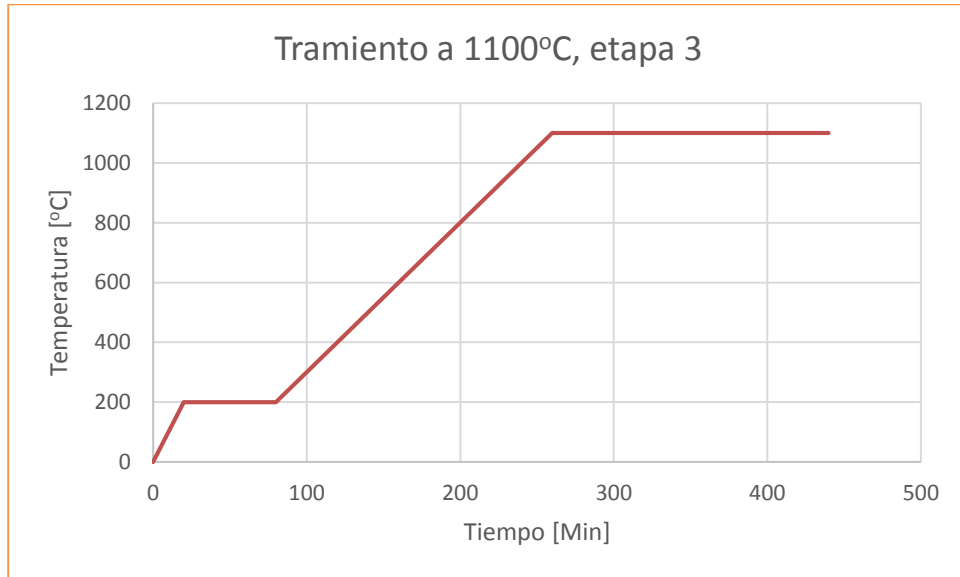


**Tabla 16. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 1100°C a dos horas de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	32% (0.1)	33.68%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	16.4 % (0.1)	17.11%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	44.3 % (0.1)	46.24%
Ca <sub>3</sub> ( SiO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Pseudowollastonita	2.6 %	2.71 %
<b>Total Cristalino</b>	95.8 %		
<b>Amorfos y otros</b>	4.2 %		

➤ **Etapa 3. Variables: Temperatura: 1100°C, Tiempo: 3h.**

**Gráfica 15. Tratamiento térmico de calcinación a 1100°C, tres horas de permanencia.**



**Tabla 17. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 1100°C a tres horas de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	30% (0.1)	31.02%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	15.5 % (0.1)	16.02%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	45.8 % (0.1)	47.36%
Ca <sub>3</sub> ( SiO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Pseudowollastonita	4.8 %	4.96 %
<b>Total Cristalino</b>	96.7 %		
<b>Amorfos y otros</b>	3.3 %		

➤ **Etapa 4. Variables: Temperatura: 1100°C, Tiempo: 4h.**

**Gráfica 16. Tratamiento térmico de calcinación a 1100°C, cuatro horas de permanencia.**



**Tabla 18. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 1100°C a cuatro horas de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	31.9% (0.1)	32.68%
Ca ( SO <sub>4</sub> )	Anhidrita	11.3 % (0.1)	11.57%
Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	46.3 % (0.1)	47.43%
Ca <sub>3</sub> ( SiO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Pseudowollastonita	7.5 %	7.68 %
<b>Total Cristalino</b>		97.6 %	
<b>Amorfos y otros</b>		2.4 %	

- **Tratamiento térmico hasta 1200 °C.** Con los resultados de los anteriores tratamientos térmicos no se observa una variación significativa en las etapas con 1 hora de diferencia, por lo cual se decide aumentar el rango de tiempo entre etapas a dos horas.

➤ **Etapa 1. Variables: Temperatura: 1200°C, Tiempo: 2h.**

**Gráfica 17. Tratamiento térmico de calcinación a 1200°C, dos horas de permanencia.**

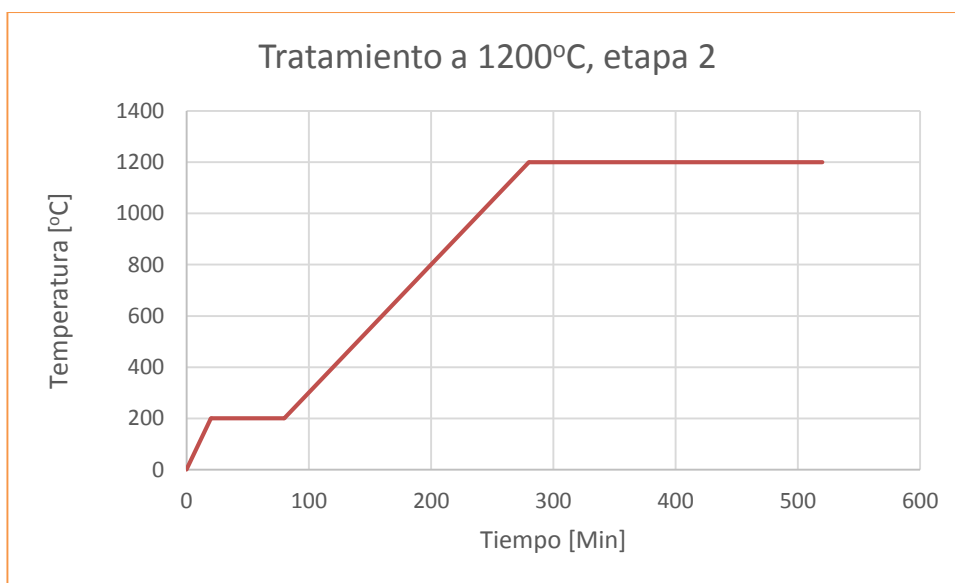


**Tabla 19. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 1200°C a dos horas de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	25.0% (0.1)	25.2%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	54.1 % (0.1)	54.53%
CaSiO <sub>3</sub>	wollastonita	6.2%	6.25%
Ca <sub>3</sub> ( SiO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Pseudowollastonita	13.9%	14.01 %
<b>Total Cristalino</b>	99.2 %		
<b>Amorfos y otros</b>	0.8 %		

➤ **Etapa 2. Variables: Temperatura: 1200°C, Tiempo: 4h.**

**Gráfica 18. Tratamiento térmico de calcinación a 1200°C, cuatro horas de permanencia.**

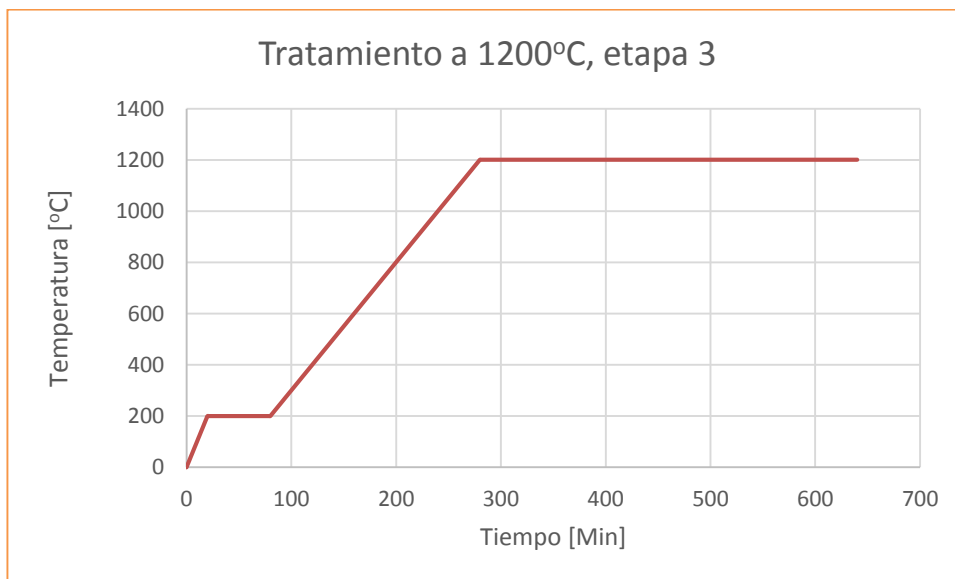


**Tabla 20. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 1200°C a cuatro horas de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	19.6% (0.1)	20.28%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	56.6 % (0.1)	59.59%
SiO <sub>2</sub>	Tridimita	4.4%	4.55%
CaSiO <sub>3</sub>	Wollastonita	4.8%	4.96%
Ca <sub>3</sub> ( SiO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Pseudowollastonita	11.2%	14.5%
<b>Total Cristalino</b>	96.6 %		
<b>Amorfos y otros</b>	3.4 %		

➤ **Eta**pa 3. Variables: Temperatura: 1200°C, Tiempo: 6h.

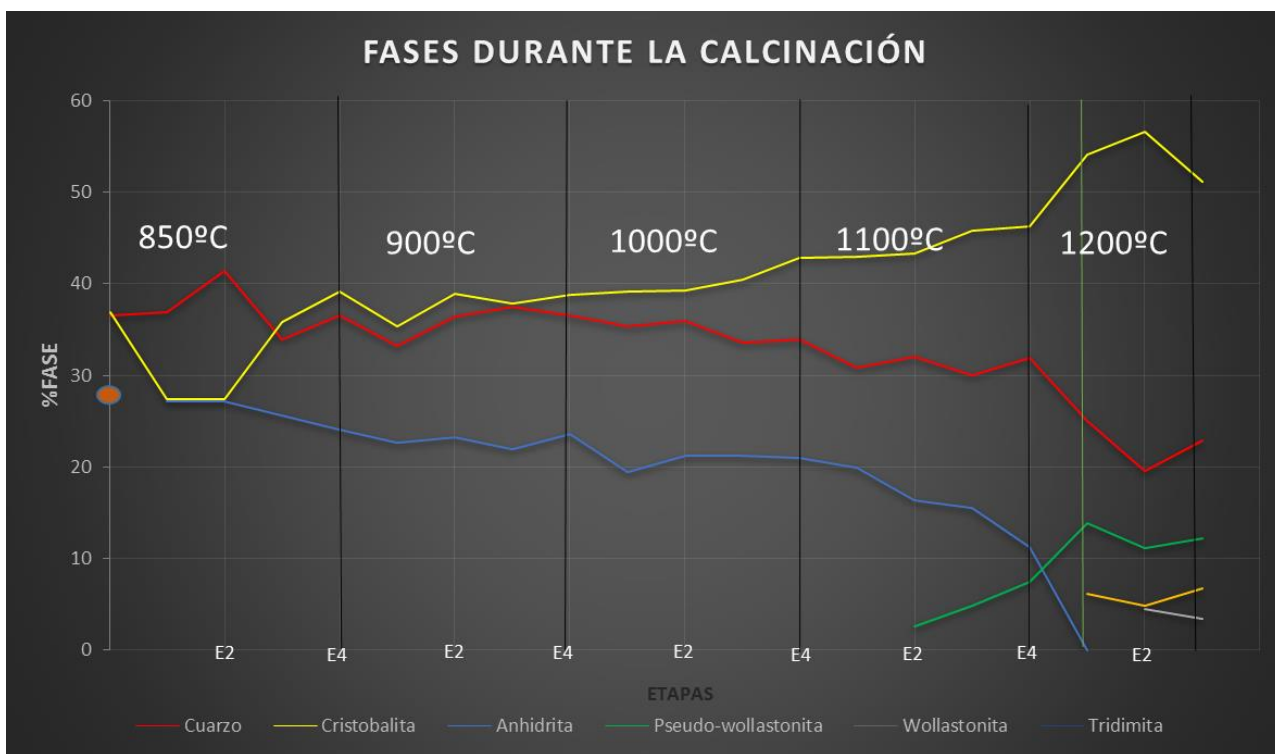
**Gráfica 19. Tratamiento térmico de calcinación a 1200°C, seis horas de permanencia.**



**Tabla 21. Datos obtenidos por DRX de una muestra de yeso Kerr tipo II llevado a 1200°C a seis horas de permanencia después de dicha temperatura. Ver anexo 1.**

Fase	Nombre	Cuantitativo	% en los cristales
SiO <sub>2</sub>	Cuarzo	22.9% (0.1)	23.9%
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita	51.2 % (0.1)	53.16%
SiO <sub>2</sub>	Tridimita	3.3%	3.42%
CaSiO <sub>3</sub>	Wollastonita	6.7%	6.95%
Ca <sub>3</sub> ( SiO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Pseudowollastonita	12.2%	12.66%
<b>Total Cristalino</b>	<b>96.3 %</b>		
<b>Amorfos y otros</b>	<b>3.7 %</b>		

**Gráfica 20. Comparación del porcentaje de fases presentes durante el proceso de calcinación**



Partiendo del material sin calcinar, con un 25% de fase aglomerante compuesta por el yeso (Ca ( SO<sub>4</sub> ) ( H<sub>2</sub> O )<sub>2</sub> ) y un 75% de fase refractaria (Cuarzo y Cristobalita), se

inicia el proceso de calcinación encontrando en la etapa 1 del tratamiento a 850°C la transformación total del yeso en anhidrita  $\text{Ca}(\text{SO}_4)$  proporcionando una nueva fase aglomerante en el material, así mismo se observa que con el aumento de temperatura su porcentaje de fase presente va en caída hasta llegar a su extinción total a 1200°C con dos horas de estadía en el horno tras la evaporación del azufre en forma de  $\text{SO}_3$ .

La pseudo-wollastonita asoma como la primera fase de silicatos, con una cantidad cuantificable, en la etapa número dos del tratamiento a 1100°C para después a 1200°C con dos horas de permanencia formar junto con la wollastonita un material 100% refractario.

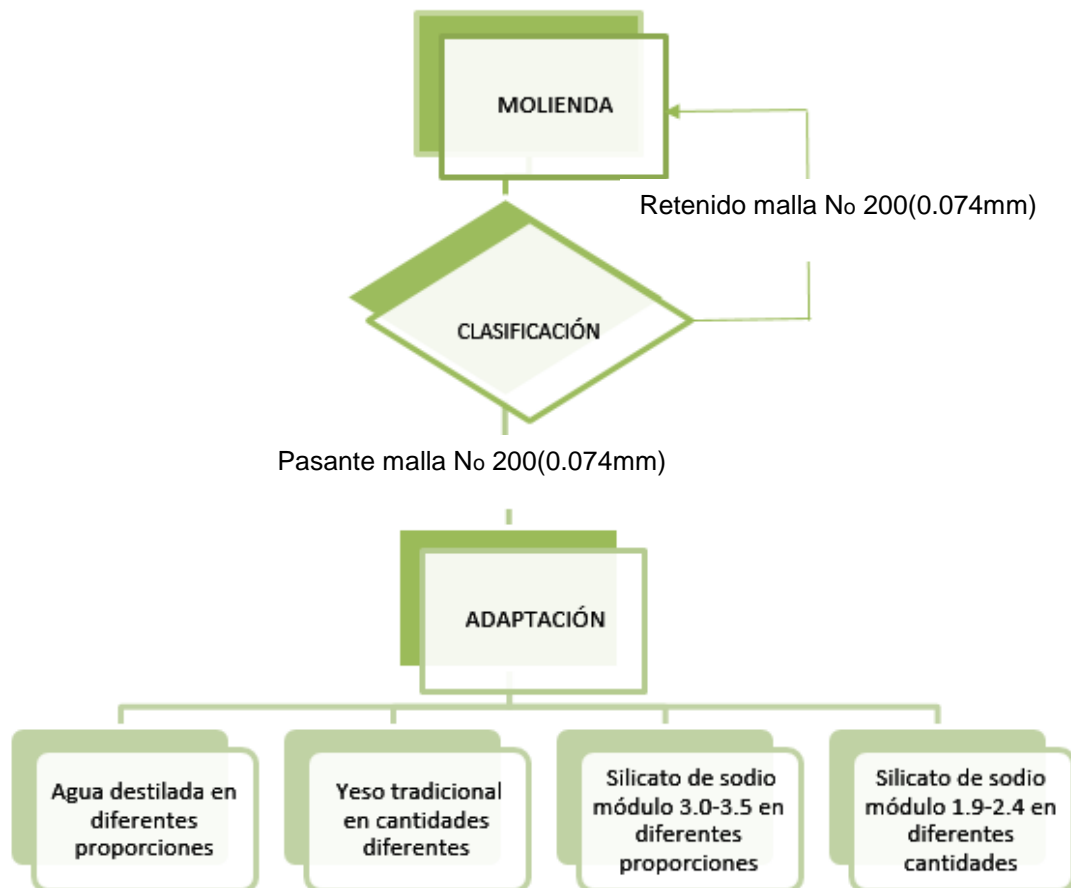
La gráfica permite comparar el comportamiento del cuarzo y la cristobalita a partir de la etapa 3 del tratamiento a 900°C, donde se observa que el cuarzo se transforma lentamente en cristobalita a medida que la temperatura va en aumento hasta llegar a 1200°C con 4 horas de estadía dentro del horno, donde aparece la tridimita como una nueva forma polimórfica de la sílice, esto es debido a que la energía aplicada en forma de temperatura rompe los enlaces atómicos y produce un cambio en la estructura molecular.

En las etapas 1 y 3 del tratamiento a 1200°C se tiene un porcentaje de silicatos (pseudo-wollastonita y wollastonita) similar, que nos permite escoger como tratamiento para nuestro proyecto de grado el revestimiento calcinado a 1200°C con dos horas de permanencia por presentar un ligero aumento en la cantidad de porcentaje de silicatos y requerir un menor gasto energético.

### 4.3. ADAPTACIÓN DEL REVESTIMIENTO AL PROCESO DE LA CERA PERDIDA.

Aplicado el tratamiento térmico, es necesario trabajar el nuevo revestimiento con el fin de dar características idóneas para el proceso (tiempo de trabajo, resistencia mecánica, tamaño de partícula, entre otras).

**Diagrama de flujo 2. Adaptación del revestimiento al proceso de la cera perdida.**



- **Molienda.** La homogenización de polvos se lleva a cabo en un molino de bolas, 5 kg de capacidad, usando como medio de molienda bolas de alúmina de 5 tamaños diferentes durante aproximadamente 4 horas y 250 RPM. El molino se cargó con 2.5 kg de “nuevo revestimiento”.
  
- **Clasificación.** Se usan tamices malla tyler 170 y 200, de los cuales se escoge el material pasante de la malla 200; el retenido de esta malla es molido nuevamente.
  
- **Pruebas.** Con el objetivo de encontrar características ideales de colabilidad, fraguado, tiempo de trabajo, friabilidad, resistencia mecánica y colapsibilidad para la producción de moldes para el proceso de la cera perdida, el nuevo revestimiento es ensayado en el laboratorio.

➤ **Agua destilada en diferentes proporciones.**

**1) 100g polvo/ 40ml agua destilada.**

Inicialmente se elabora la probeta usando las mismas condiciones con las que se hizo el revestimiento antes del tratamiento térmico: 100g polvo/ 40ml agua destilada, es decir, 71.4% de revestimiento nuevo (revestimiento con tratamiento térmico) y 28.6% de agua destilada.

**Figura 6. Foto de la mezcla del nuevo revestimiento con una relación de 100gpolvo/40ml de agua.**



Es imposible aglomerar la mezcla usando ese porcentaje de agua destilada, se tiene un material con grumos y falta de homogeneidad (figura 7) el cual claramente no podrá ser colado, por tanto se descarta esta posibilidad.

## **2) 100gpolvo/70ml de agua (71.4% /28.6%)**

Se logra, luego de varios ensayos, construir una probeta con buena colabilidad aumentando el contenido de agua destilada.

**Figura 7. Foto de la mezcla del nuevo revestimiento con una relación de 100gpolvo/70ml de agua.**



Con un incremento en la cantidad de agua destilada se obtiene una buena colabilidad, que transcurrido un día fraguando la probeta no alcanza la consistencia suficiente que permita elaborar un molde para el proceso de la cera perdida.

➤ **Yeso Kerr tipo II en diferentes proporciones.**

Se elaboran probetas con yeso tradicional (kerr) a diferentes cantidades del revestimiento nuevo y agua destilada (constante).

**1) 100gr de polvo (75gr de nuevo revestimiento y 25 yeso Kerr tipo II) 70ml agua destilada. [58.8% (44.11%, 14.6%) /41.2%].**

La primera probeta se realiza buscando que la cantidad de yeso Kerr (aglomerante) y el nuevo revestimiento (refractario) tengan las mismas proporciones de fábrica del yeso tradicional. Para elaborar la nueva probeta se parte de las siguientes cantidades: 70 ml H<sub>2</sub>O, 100gr de polvo (75gr de nuevo revestimiento y 25 yeso Kerr tipo II).

***Figura 8. Foto de la mezcla del nuevo revestimiento con una relación de 100g polvo/40ml de agua usando yeso Kerr tipo II como aglomerante.***



En este caso la mezcla tiene una colabilidad que no garantiza su presencia en todas las cavidades del molde, es densa y tiene poco

tiempo de trabajo, la probeta logra fraguar pero se tiene un comportamiento friable. Se descarta para aplicación en la cera perdida.

➤ **Silicato de sodio variando su módulo.**

**1) Silicato de sodio con módulo 3.0-3.5. 100g nuevo revestimiento, 56g agua, 14g silicato de sodio. (58.8%, 32.9%, 8.3%)**

Elaboración de probetas con revestimiento nuevo, agua destilada y silicato de sodio módulo 3.0-3.5 (anexo 3) con viscosidad de 372 centipoise (anexo 4) . Para este procedimiento se mantiene invariante la cantidad de agua destilada y se adapta el módulo del silicato.

***Figura 9. Foto de la mezcla del nuevo revestimiento con una relación de 100g polvo/70ml de agua y Silicato de sodio 3.0-3.5.***



Se logra obtener una mezcla fuida, con tiempo de trabajo muy corto, debido a la formación de una película de gel que densifica el material e impide manipularlo, es por esta razón que la colada se realiza rápidamente produciéndose una buena resistencia en verde luego de 3 minutos, el proceso de secado se realiza con una rata de calentamiento de 2°C por minuto hasta una temperatura de 210°C y sostenimiento durante 2 horas, produciéndose una probeta con alta friabilidad debido a

que la alta densidad del silicato de sodio dificulta que todas las partículas del nuevo revestimiento queden recubiertas y se carezca de homogeneidad en el molde. Por ello se decide descartar este módulo y trabajar con uno mas bajo.

**2) Silicato de sodio con módulo 1.8-2.3. 100g nuevo revestimiento, 77g agua, 42g silicato de sodio. (45%, 35%, 20%).**

Comercialmente no se encuentra un silicato de sodio con estas características por lo cual es necesario reducirlo, de esta manera se agrega soda caústica [10] para aumentar la cantidad de  $\text{Na}_2\text{O}$  presente en la mezcla con el objetivo de inhibir la formación de la película de gel y se puedan recubrir todos los granos del nuevo revestimiento con el aglomerante usado. Lograda la reducción del módulo, se realizan pruebas de viscosidad, arrojando como resultado 0.42 centipoise, indicando un gran cambio en esta propiedad comparándolo con el silicato de módulo 3-3.5.

***Figura 10. Foto de la mezcla del nuevo revestimiento con una relación de 100g polvo/70ml de agua y Silicato de sodio 1.8-2.3.***



Se obtuvo una mezcla fluida que al corto tiempo produce aceptable resistencia en verde (5 minutos aproximadamente), buena colabilidad,

y después de realizar el secado se observa una probeta homogénea sin friabilidad y con buenas propiedades de copiado del molde.

#### 4.4. CARACTERIZACIÓN DEL REVESTIMIENTO.

Se realizan probetas cilíndricas (AFS) 2x2 pulgadas con la mezcla escogida a la cual se le hace un secado antes de la realización de cada prueba, descrito en la siguiente gráfica:

**Gráfica 21. Tratamiento térmico de secado para probetas de Silicato de sodio con módulo 1.8-2.3. 45% nuevo revestimiento, 35% agua, 20% silicato de sodio. (porcentaje en peso), un hora de permanencia por cada pulgada cuadrada.**



- **Determinación de la permeabilidad.** Esta prueba se realiza usando un permeámetro eléctrico (Electric Permeameter) según la norma AFS.

**Figura 11. Permeámetro eléctrico ubicado en laboratorio de moldeo de la Universidad Industrial de Santander, sede Bucaramanga.**



**Tabla 22. Valores de permeabilidad según norma AFS.**

<b>MÓDULO SILICATO DE SODIO</b>	<b>VALOR 1</b>	<b>VALOR 2</b>	<b>VALOR 3</b>	<b>PROMEDIO</b>
<b>Módulo 1.8-2.3</b>	<b>5.8</b>	<b>6</b>	<b>6.1</b>	<b>5.96</b>

Los valores de permeabilidad obtenidos no son confiables por encontrarse dentro de un rango inferior a 10 en la escala AFS. Pero comparándolos con los valores de la tabla 2 son valores similares de los tratamientos tradicionales de joyería.

- **Determinación de la resistencia a la compresión.** Esta prueba se realiza con la ayuda de la maquina de compresión en seco (maquina universal de ensayos).

**Figura 12. Máquina universal de ensayos ubicada en el laboratorio de moldeo de la universidad industrial de Santander, sede Bucaramanga.**



Esta prueba se realiza con la ayuda de la maquina de compresión en seco (maquina universal de ensayos), los valores obtenidos son:

**Tabla 23. Valores de resistencia a la compresión en seco.**

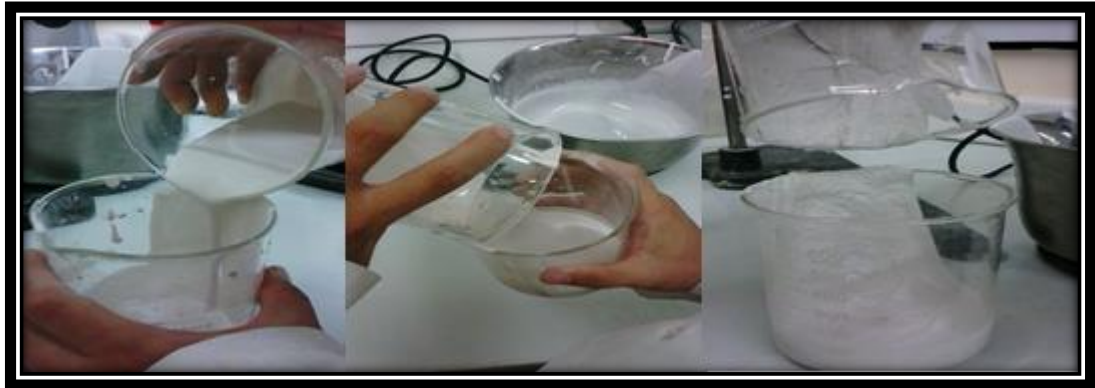
MÓDULO SILICATO DE SODIO	VALOR 1 (kg*cm <sup>2</sup> )	VALOR 2 (kg*cm <sup>2</sup> )	VALOR 3 (kg*cm <sup>2</sup> )	PROMEDIO
1.8-2.3	60	62	63	61.6

Los valores obtenidos superan el limite de admisión para emplear en el proceso de la cera perdida el cual es 25 kg\*cm<sup>2</sup>.

- **Tiempo de trabajo.** Se realizó un ensayo en el cual se determinó el tiempo que tarda la mezcla en perder su propiedad de fluidez, se llevó a cabo colando la mezcla de un vaso a otro contando 15 segundos antes

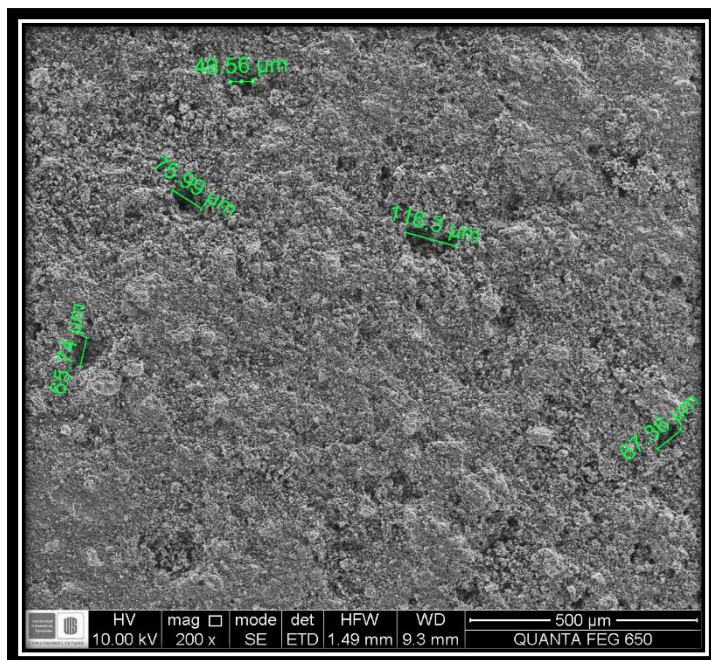
de la colada hasta que la mezcla ya no se deslizara por si sola. El tiempo que se obtuvo realizando tres veces este ensayo fue de aproximadamente 30 segundos.

***Figura 13. Momento donde se está determinando el tiempo de trabajo.***



- **Determinación del tamaño de poro.** Se efectuó un ensayo de microscopía electrónica de barrido (SEM) para la determinación del tamaño de los poros presentes en el nuevo revestimiento.

**Figura 14. Micrografía SEM tomada al nuevo revestimiento a 500 micrometros.**

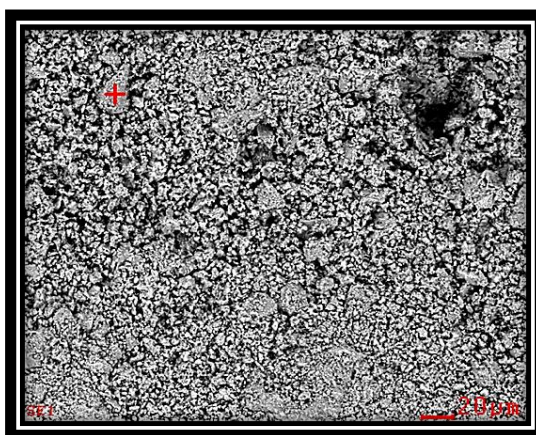


**Tabla 24. Valores de diametro del tamaño de poro.**

NUMERO DE PORO	TAMAÑO DE PORO (μm)
1	49.56
2	76.99
3	116.3
4	65.74
5	67.36
<b>Promedio</b>	<b>75.19</b>

- **Determinación de los elementos presentes en el nuevo revestimiento.** Por medio de un ensayo de Espectrometría de dispersión de energía de rayos x (EDS) se determinó cuantitativamente los elementos presentes en el nuevo revestimiento. Tomando como referencia dos zonas que presentan diferentes tonalidades.
- **Zona 1.** El análisis es realizado sobre la zona mas clara presente en la micrografía.

**Figura 15. Micrografía SEM tomada al nuevo revestimiento a 20 micrometros.. Anexo 5.**



**Tabla 25. Valores porcentaje en peso y masa atómica de los elementos presentes en el nuevo revestimiento en la zona clara de una micrografía. Anexo 4.**

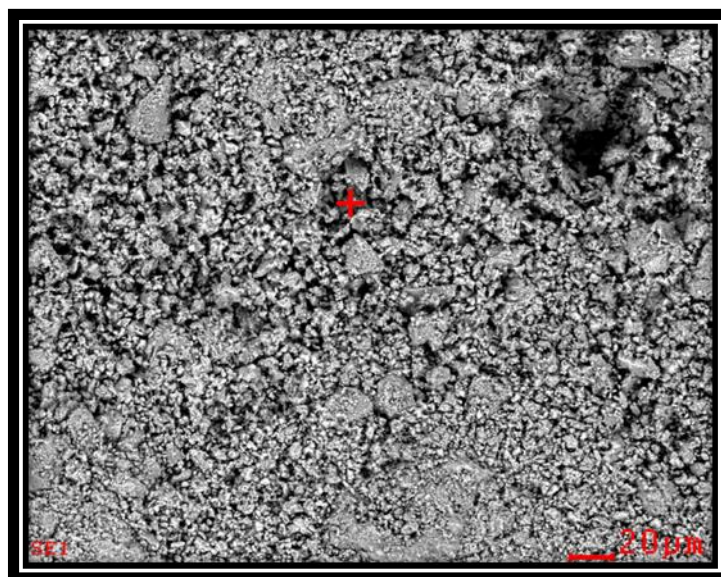
ELEMENTO	WT%	AT%
C	10.91	17.14
O	45.58	53.79
Na	00.61	00.51
Si	41.58	27.95
Ca	01.32	00.62

**WT:** Porcentaje en peso

**AT:** Porcentaje en masa atómica

- **Zona 2.** El análisis es realizado sobre la zona mas oscura presente en la micrografía, la posición es mostrada en la figura 13.

**Figura 16. Micrografía SEM tomada al nuevo revestimiento a 20 micrometros. Anexo 5.**



**Tabla 26. Valores porcentaje en peso y masa atómica de los elementos presentes en el nuevo revestimiento en la zona oscura de una micrografía. Anexo 4.**

<b>ELEMENTO</b>	<b>WT%</b>	<b>AT%</b>
<b>C</b>	<b>03.73</b>	<b>06.76</b>
<b>O</b>	<b>33.10</b>	<b>45.03</b>
<b>Na</b>	<b>00.80</b>	<b>00.76</b>
<b>Si</b>	<b>59.57</b>	<b>45.38</b>
<b>Ca</b>	<b>03.80</b>	<b>0.2.06</b>

**WT:** Porcentaje en peso

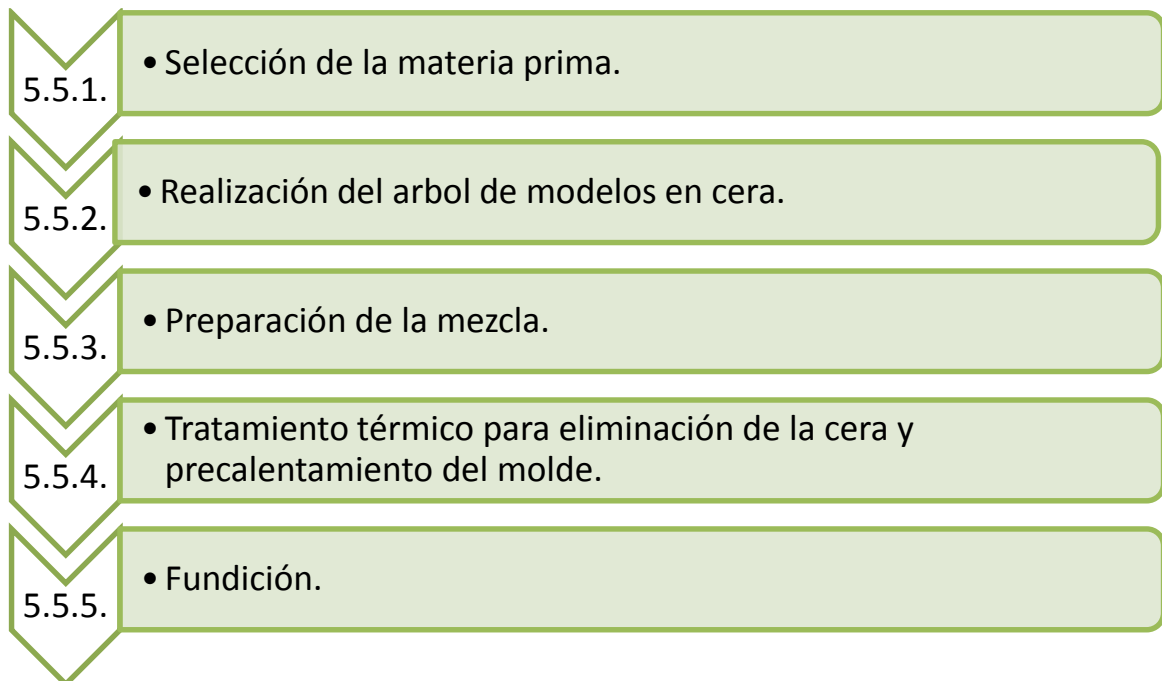
**AT:** Porcentaje en masa atómica

Con la realización de este ensayo se corrobora que no hay presencia de azufre en el nuevo revestimiento y que el Si es el elemento mas abundante en la mezcla, lo que permite obtener un revestimiento refractario.

#### **4.5. ELABORACIÓN DEL PROTOTIPO.**

Luego de observar el comportamiento del material y los resultados obtenidos, se escoge como materia prima la mezcla aglomerada por el silicato de sodio de módulo 1.8 a 2.3, por presentar las mejores características para el proceso de la cera perdida.

#### **PROCEDIMIENTO**



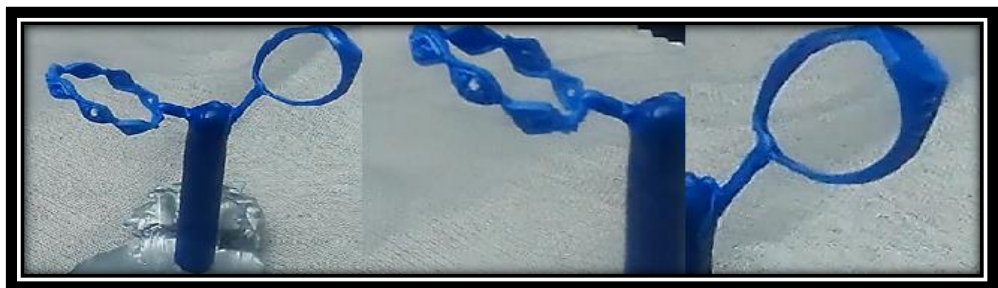
- **Selección de la materia prima.** Realizadas las pruebas, se usa el material calcinado y aglomerado con silicato de sodio de módulo 1.8 a 2.3 y agua destilada, en la elaboración del prototipo.

*Figura 17. Foto de elementos utilizados para elaborar el revestimiento.*



- **Realización del árbol de modelos en cera.** El árbol de modelos es proporcionado por una empresa joyera.

*Figura 18. Árbol de modelos elaborado en cera.*



- **Preparación de la mezcla.** La preparación del material se realiza por inmersión del nuevo revestimiento en una solución que contiene silicato de sodio (módulo 1.8 a 2.3) y agua destilada, la velocidad de agitación empleado en este caso es de 10 rpm durante 15 segundos e inmediatamente es vertido en el recipiente que contiene el árbol de modelos.

**Figura 19. Inmersión del revestimiento nuevo y cilindro para microfundición.**



- **Tratamiento térmico para eliminación de la cera y precalentamiento del molde.** Debido a la refractariedad de la mezcla empleada, esta es calentada con el objetivo de eliminar la cera y precalentar el molde para la colada del metal, siguiendo una tasa de temperatura de 3 °C/min hasta alcanzar 300°C y sosteniendo esa temperatura durante un hora por pulgada cuadrada. (ver gráfica 21).

**Figura 20. Mufla eléctrica usada para el tratamiento térmico antes de la colada.**



- **Fundición.** La fundición y la colada del metal sobre el revestimiento se lleva a cabo en la maquina de fundición (Casting Machine) modelo J-2R serie 4 utilizando vacio en el momento de la colada, se emplean 150g de una aleación denominada “Zamak” (Aluminio 4%, Cobre 1%, Magnesio 0.05%, Resto Zinc). La colada se efectua a 600°C.

**Figura 21. Prototipo logrado usando el nuevo revestimiento.**



La pieza fundida presenta defectos producidos principalmente por el agrietamiento del molde durante el proceso de precalentamiento como barbas de fundición, mala copiabilidad del modelo y piezas incompletas, del mismo modo, se observan poros y rugosidades que se atribuyen al revestimiento empleado. Por tanto no se presenta una buena calidad en la pieza.

**Figura 22. Vista superior del molde luego de la colada del metal.**



Se observan grietas de gran tamaño por donde el metal líquido es desviado evitando el llenado completo de las cavidades del molde. La presencia de silicato de sodio (aglomerante) sobre la superficie de las partículas hace resistencia al paso del vapor que tras aplicar temperatura reblandece las partículas generando un esponjamiento que mejora la permeabilidad pero produce un cambio de volumen que es estorbado por la matriz metálica donde se encuentra el molde produciendo

tensiones que terminan por fracturarlo, así mismo debido a la poca sensibilidad que se tiene en el ensayo de permeabilidad los valores obtenidos no indican que exista una buena permeabilidad.

***Figura 23. Vista superior del molde luego de la colada del metal indicando las manchas negras.***



De la fotografía anterior es posible observar una mancha negra en el límite del metal-revestimiento, indicando presencia de cenizas de la cera (carbono) utilizada en el árbol de modelos, encontrándose como un punto crítico para la aparición de defectos en la pieza fundida, tales como impurezas y porosidad en la superficie.

## 5. CONCLUSIONES.

- La transformación total del yeso  $\text{Ca}(\text{SO}_2)(\text{H}_2\text{O})_2$  en anhidrita  $\text{Ca}(\text{SO}_4)$  ocurre a  $850^\circ\text{C}$  con 1 hora de estadía en la mufla, presentándose como el primer cambio de fase en el proceso de calcinación y formándose un nuevo aglomerante en el revestimiento.
- Se encontró que la cantidad de anhidrita presente en el revestimiento, es reducido paulatinamente en forma de  $\text{SO}_3$  a medida que la temperatura va en aumento, llegando a su eliminación total en la etapa número 1 de tratamiento a  $1200^\circ\text{C}$  con 2 horas de permanencia dentro de la mufla, liberando al revestimiento por completo del azufre (S) y de los defectos que este elemento puede generar.
- La aparición de la Pseudo-Wallastonita a  $1100^\circ\text{C}$  con una hora de permanencia dentro de la mufla, en un porcentaje inferior al 1%, es el comienzo de la obtención de silicatos, presentes como fases refractarias dentro del revestimiento.
- El tratamiento térmico a  $1200^\circ\text{C}$  con 2 horas de estadía dentro de la mufla, obtuvo el mayor porcentaje de silicatos en el revestimiento, con 14.01% de Pseudo-Wallastonita y 6.25% de Wallastonita para un total de 20.26% de silicatos, superando el porcentaje de los silicatos obtenidos en la etapa 3 del tratamiento a  $1200^\circ\text{C}$  con 6 horas de estadía dentro de la mufla el cual es de 19.61%.

- Los valores obtenidos de permeabilidad son similares a los valores de los revestimientos empleados en el proceso de la cera perdida llevado a cabo tradicionalmente, pero no es un criterio suficiente para asegurar que la mezcla tendrá una buena permeabilidad, debido a que presenta mayor cantidad de agua respecto a los revestimientos tradicionales.
- Los resultados del ensayo de resistencia a la compresión en seco superan el límite de admisión para emplear el revestimiento en el proceso de la cera perdida. (25 kg\*cm<sup>2</sup>).
- El silicato de sodio empleado en las proporciones indicadas en el presente proyecto de grado no es recomendable para su uso como aglomerante del nuevo revestimiento, por generar defectos que terminan por dañar el molde durante el proceso de la cera perdida.
- El prototipo logrado usando el nuevo revestimiento presenta numerosos defectos, entre ellos falta de llenado, barbas de fundición y porosidad excesiva afectando la calidad de la pieza no impidiendo su aplicación en el proceso de la cera perdida.

## **6. RECOMENDACIONES.**

- En la preparación de la mezcla se recomienda hacerla por inmersión del revestimiento en una solución agitada de agua-silicato con un tiempo de trabajo no superior a 20 segundos.
- En el momento de la agitación de la mezcla no se deben superar las 10rpm debido que la fricción produce un calentamiento que acelera la formación de una película de gel que impide la fluidez de la mezcla.

## **7. OBSERVACIONES.**

- El presente proyecto de investigación es un punto de partida para la invención de un revestimiento que posibilite la creación de un prototipo con características que toleren su aplicación en la industria de la joyería.
- Realizando un secado escalonado con una tasa de temperatura menor a la utilizada se podría evitar el deterioro del molde.

## 8. CITAS .

- [1] DOMENE. R., El material de yeso comportamiento y consecuencias. Ed. CSIC. (2006) p.p 124-130.
- [2] YBARRA. R., Esmeraldas Características y Propiedades. Disponible en [http://www.raulybarra.com/notijoya/biblioteca\\_archivos\\_1.1/notijoya\\_1.1/archivosn\\_otijoya2/2esmeralda.htm](http://www.raulybarra.com/notijoya/biblioteca_archivos_1.1/notijoya_1.1/archivosn_otijoya2/2esmeralda.htm) (Agosto 2007).
- [3] SCHUMANN. W., Guía de las Piedras Preciosas y Ornamentales. (2009). Ed. Omega, 14a edición. p.p 215-230.
- [4]. QUINTENS. I., DEDEYNE R., Tablas de identificación de gemas. (2007) Ed. Glirico. p.p 89,94,108,120.
- [5]. TORRES. M., GÓMEZ L., Permeabilidad y resistencia mecánica de cáscaras cerámicas empleadas en el proceso de microfusión. Disponible en <http://revistasinvestigacion.unmsm.edu.pe/index.php/iigeo/article/view/482/>.( 2007).
- [6] Usos y obtención del yeso y la cal. Febrero 2007. Disponible en: <http://www.textoscientificos.com/quimica/cales/usos-obtencion-yeso-cal>.
- [7]. IBAÑEZ. A. Y Sandoval. F., La Wollastonita: propiedades. (2010) Instituto de Cerámica y Vidrio, Arganda del Rey, Madrid. p. 25.
- [8] TAMARA DE LA OSA. N., Consideraciones sobre el mejoramiento de la colapsibilidad en el sistema arena-silicato de sodio-gas carbonico por adición de sustancias inorgánicas. Proyecto para optar por el título de ingeniero metalúrgico.

Bucaramanga.: Universidad Industrial de Santander. facultad fisico-química, 1993. p.p 23-28.

**[9]** TOLOSA. Y. y VALDERRAMA. C., Estudio de las variables que regulan el tratamiento térmico del yeso y su adaptación al método de pre-engaste de las esmeraldas colombianas. Proyecto de grado para optar por el título de ingeniero metalúrgico. Bucaramanga.: Universidad Industrial de Santander. Facultad fisico-química, 2012. p.p 15-20.

**[10]** ARTAMENDI. A., Agenda de fundición.(1971) Editada por EDITECNIA (editora y distribuidora de publicaciones técnicas. Madrid. p. 73.

## BIBLIOGRAFÍA

- MCCLOSKEY, Jhon C. An evaluation of the permeability of a jewelry casting investment. In: Santa Fe Symposium on jewelry manufacturing technology, (1999), memories. p 431-458.
- MCKERR. Ian, Stone in place casting: the investment perspective. In: Symposium on jewelry Manufacturing Technology ( 2004 ) Memories. Santa Fe, p 293-309.

**Anexo A.** Informe de difracción de rayos –x, muestras de yeso kerr tipo 2 con tratamiento térmico.

 	<b>LABORATORIO DE RAYOS-X</b>	Código: F-LRX-D-04
	<b>INFORME DE RESULTADOS DIFRACCIÓN DE RAYOS-X</b>	Versión: 1 Página 1 de 25

FECHA	DIA	MES	ANO	INFORME	INF-376-14-DRX
	10	10	2014		

DATOS DEL CLIENTE			
Empresa	UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER ESCUELA DE INGENIERÍA METALURGICA		
Nombre	Profesor Arnaldo Alonso Baquero		
Dirección	Carrera 27 calle 9, ciudad universitaria	Nit o C.C	890.201.213-4
Ciudad	Bucaramanga, Santander	Orden de Compra	
e-mail	<a href="mailto:arnaldo@uis.edu.co">arnaldo@uis.edu.co</a>	Teléfono	6344000

METODOLOGIA DE TRABAJO																							
<b>Preparación de las muestras</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Las muestras fueron pulverizadas en un mortero de ágata y llevadas a un tamaño de 38 µm (400 mesh). El espécimen seleccionado de cada muestra fue montado en un portamuestra de polimetilmetacrilato (PMMA) mediante la técnica de llenado frontal.</li> </ul>																						
<b>Toma de Datos de Difracción</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Se realizó en un difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con Geometría DaVinci bajo las siguientes condiciones: <table border="0"> <tr><td>Voltaje</td><td>40(kV)</td></tr> <tr><td>Corriente</td><td>30(mA)</td></tr> <tr><td>Rendija de Divergencia</td><td>0.6mm</td></tr> <tr><td>Rendijas Soller Primario</td><td>2.5°</td></tr> <tr><td>Muestreo</td><td>0.013° 2theta</td></tr> <tr><td>Rango de Medición</td><td>3.5-70° 2theta</td></tr> <tr><td>Radiación</td><td>CuKα1</td></tr> <tr><td>Filtro</td><td>Niquel</td></tr> <tr><td>Detector</td><td>Lineal LynxEye</td></tr> <tr><td>Tipo de barrido</td><td>A pasos</td></tr> <tr><td>Tiempo de muestreo</td><td>0.4 segundos</td></tr> </table> </li> </ul>	Voltaje	40(kV)	Corriente	30(mA)	Rendija de Divergencia	0.6mm	Rendijas Soller Primario	2.5°	Muestreo	0.013° 2theta	Rango de Medición	3.5-70° 2theta	Radiación	CuKα1	Filtro	Niquel	Detector	Lineal LynxEye	Tipo de barrido	A pasos	Tiempo de muestreo	0.4 segundos
Voltaje	40(kV)																						
Corriente	30(mA)																						
Rendija de Divergencia	0.6mm																						
Rendijas Soller Primario	2.5°																						
Muestreo	0.013° 2theta																						
Rango de Medición	3.5-70° 2theta																						
Radiación	CuKα1																						
Filtro	Niquel																						
Detector	Lineal LynxEye																						
Tipo de barrido	A pasos																						
Tiempo de muestreo	0.4 segundos																						
<b>Tipo de Análisis</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li><b>Análisis Cualitativo</b> El análisis cualitativo de las fases presentes en la muestra se realizó mediante comparación del perfil observado con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del International Centre for Diffraction Data (ICDD).</li> <li><b>Análisis Cuantitativo</b> El análisis cuantitativo de las fases encontradas se realizó mediante el refinamiento por el Método de Rietveld del perfil observado habiéndole agregado a la muestra una cantidad conocida de un estándar interno (Aluminum oxide, Corundum, α-phase) correspondiente al 20%.</li> </ul>																						
<b>Tratamiento de las muestras</b>	Químico <input type="checkbox"/> Térmico <input type="checkbox"/> Ninguno <input checked="" type="checkbox"/>																						

## RESULTADOS OBTENIDOS

### 1. #1 850 1h (D2DV)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	36.9 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	27.2 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	27.4 % (0.1)
Total Cristalino			91.5 %
Amorfos y otros			8.5 %

### 2. #2 850 2h (D2DW)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	41.4 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	26.3 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	29.5 % (0.1)
Total Cristalino			97.2 %
Amorfos y otros			2.8 %

### 3. #3 850 3h (D2DX)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	33.9 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	25.6 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	35.8 % (0.1)
Total Cristalino			95.3 %
Amorfos y otros			4.7 %

### 4. #4 850 4h (D2DZ)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	36.5 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	24.1 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	39.1 % (0.1)
Total Cristalino			99.7 %
Amorfos y otros			0.3 %

### 5. #5 900 1h (D2EA)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	33.2 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	22.6 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	35.3 % (0.1)
Total Cristalino			91.1 %
Amorfos y otros			8.9 %

6. #6 900 2h (D2EB)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	36.4 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	23.3 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	38.9 % (0.1)
Total Cristalino			98.6 %
Amorfos y otros			1.4 %

7. #7 900 3h (D2EC)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	37.5 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	22.0 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	37.9 % (0.1)
Total Cristalino			97.4 %
Amorfos y otros			2.6 %

8. #8 900 4h (D2ED)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	36.5 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	23.6 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	38.8 % (0.1)
Total Cristalino			98.9 %
Amorfos y otros			1.1 %

9. #9 1100 1h (D2EE)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	30.9 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	19.9 % (0.1)
	Ca <sub>2</sub> ( Si O <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	Pseudowollastonita	< 1 %
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	< 1 %
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	42.9 % (0.1)
Total Cristalino			95.0 %
Amorfos y otros			5.0 %

10. #10 1100 2h (D2EF)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	32.0 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	16.4 % (0.1)
	Ca <sub>2</sub> ( Si O <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	Pseudowollastonita	2.6 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	< 1 %
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	44.3 % (0.1)
Total Cristalino			95.8 %
Amorfos y otros			4.2 %

**11. #11 1100 3h (D2EG)**

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	30.0 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	15.5 % (0.1)
	Ca <sub>2</sub> ( Si O <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	Pseudowollastonita	4.8 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	45.8 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	<1 %
Total Cristalino			96.7 %
Amorfos y otros			3.3 %

**12. #12 1100 4h (D2EH)**

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	31.9 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	11.3 % (0.1)
	Ca <sub>2</sub> ( Si O <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	Pseudowollastonita	7.5 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	46.3 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	<1 %
Total Cristalino			97.6 %
Amorfos y otros			2.4 %

**13. #13 800 4h (D2EK)**

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	33.3 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	24.4 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	24.7 % (0.1)
Total Cristalino			82.4 %
Amorfos y otros			17.6 %

**14. #14 REFERENCIA (D2EI)**

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	36.6 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> ) ( H <sub>2</sub> O ) <sub>2</sub>	Yeso	25.7 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	36.9 % (0.1)
Total Cristalino			99.2 %
Amorfos y otros			0.8 %

**15. #15 1000 1h (D2EJ)**

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	35.4 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	19.4 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	39.2 % (0.1)
Total Cristalino			94.0 %
Amorfos y otros			6.0 %

16. #16 1000 2h (D2EL)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	34.9 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	21.2 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	39.3 % (0.1)
Total Cristalino			95.4 %
Amorfos y otros			4.6 %

17. #17 1000 3h (D2EM)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	33.6 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	21.2 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	40.5 % (0.1)
Total Cristalino			95.3 %
Amorfos y otros			4.7 %

18. #18 1000 4h (D2EN)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	33.9 % (0.1)
	Ca ( S O <sub>4</sub> )	Anhidrita	21.0 % (0.1)
	Ca <sub>2</sub> ( Si O <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	Pseudowollastonita	N.C
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	42.8 % (0.1)
Total Cristalino			97.7 %
Amorfos y otros			2.3 %

I. 1200 2h (D2ZS)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	25.0 % (0.1)
	Ca Si O <sub>4</sub>	Wollastonita	6.2 % (0.1)
	Ca <sub>2</sub> ( Si O <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	Pseudowollastonita	13.9 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	54.1 % (0.1)
Total Cristalino			99.2 %
Amorfos y otros			0.8 %

### 2. 1200 4h (D2ZT)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	19.6 % (0.1)
	Ca Si O <sub>4</sub>	Wollastonita	4.8 % (0.1)
	Ca <sub>2</sub> ( Si O <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	Pseudowollastonita	11.2 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Tridimita	4.4 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	56.6 % (0.1)
Total Cristalino			96.6 %
Amorfos y otros			3.4 %

### 3. 1200 6h (D2ZU)

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO (D.E)
Cristalinos	Si O <sub>2</sub>	Cuarzo	22.9 % (0.1)
	Ca Si O <sub>4</sub>	Wollastonita	6.7 % (0.1)
	Ca <sub>2</sub> ( Si O <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	Pseudowollastonita	12.2 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Tridimita	3.3 % (0.1)
	Si O <sub>2</sub>	Cristobalita	51.2 % (0.1)
Total Cristalino			96.3 %
Amorfos y otros			3.7 %

**Nota:**

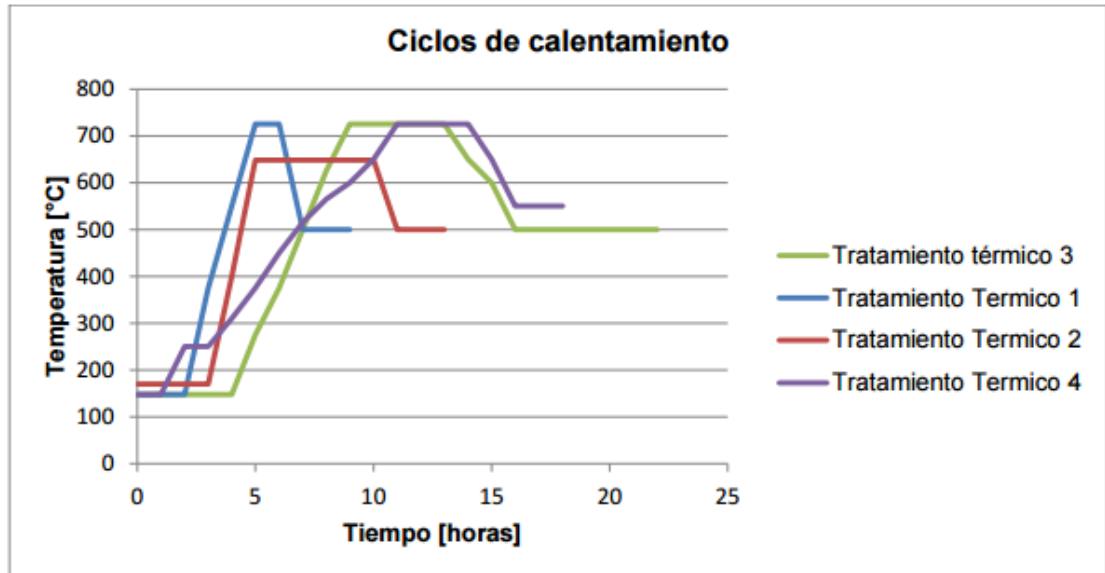
**N.C = No Cuantificable** (La(s) fase(s) son identificadas pero debido a su baja proporción no es posible refinar sus datos cristalográficos necesarios para su respectiva cuantificación)

**D.E Desviación estándar** y corresponden a las desviaciones obtenidas durante el proceso de refinamiento mediante el método de Rietveld utilizando el programa especializado RIQAS para análisis cuantitativo

**Observaciones:**

- Los resultados se relacionan únicamente a la muestra analizada, pasante de un tamiz malla 400 mesh.
- En los perfiles de difracción se observa la fase de *Corundum - Aluminum Oxide* (estándar interno), el cual fue agregado a la muestra en una cantidad conocida para la respectiva cuantificación.
- **Se recomienda realizar análisis elemental para corroborar la presencia de las fases reportadas.**
- Si desea expresar su percepción con respecto al presente servicio o ensayo, hágalo por medio del correo electrónico [mvpsx@uis.edu.co](mailto:mvpsx@uis.edu.co) o al PBX: 6344000 Ext. 3512.
- No se debe reproducir el informe de ensayo excepto en su totalidad, sin la aprobación escrita del laboratorio.

**Anexo B. Tratamientos térmicos del proyecto de grado: Estudio de las variables que regulan el tratamiento térmico del yeso y su adaptación al método de pre-engaste de las esmeraldas colombianas.**



**Anexo C. Ficha técnica del silicato de sodio**

 <p><b>FOX</b> C.I. Comercial Fox Ltda.</p>	<p>FICHA TECNICA SILICATO DE SODIO LÍQUIDO</p>	FT-CC-45
		Versión: 2
		PÁGINA 1 DE 1

<b>NOMBRE COMERCIAL</b>	<b>SILICATO DE SODIO LÍQUIDO</b>
<b>ESPECIFICACIONES TÉCNICAS</b>	Presentación : Líquido Color : Grisáceo Textura : Fluida Densidad (20 °C) : 40,0 - 42,0 Grav. Específica : 1,381 – 1,408 Alcalinidad (% Na <sub>2</sub> O) : 8,74 - 9,74 Contenido de Silice (%SiO <sub>2</sub> ) : 26,22 – 30.56 Grav. Específica : 1,398 – 1,407 % de Sólidos Totales : 36,1 - 40,1 Relación de totales Na <sub>2</sub> O : 1: 3,00 - 1 : 3,15 SiO <sub>2</sub>
<b>PRESENTACIONES</b>	Tambores de 55 Galones
<b>ALMACENAMIENTO</b>	Este producto debe almacenarse en lugares frescos, Separado de ácidos fuertes, aluminio y zinc.
<b>PRECAUCIONES</b>	La disolución en agua es una base medianamente fuerte. Reacciona con aluminio y cinc formando gas inflamable/explosivo

**Anexo D.** Valores de viscosidad dinámica del silicato de sodio.

Silicato de Sodio adaptado.

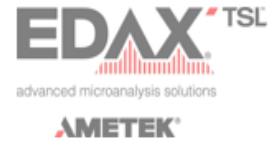
Viscosity	Speed	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature	Time Interval	Spindle	Model
042	010	001	005	013	022	00:15,2	SC4-18	RV
043	020	003	011	026	022	00:15,2	SC4-18	RV
042	030	004	016	040	022	00:15,3	SC4-18	RV
042	040	005	022	053	022	00:15,2	SC4-18	RV
042	050	006	027	066	022	00:15,2	SC4-18	RV
041	060	008	033	079	022	00:15,2	SC4-18	RV
041	070	009	038	092	022	00:15,2	SC4-18	RV
041	080	010	044	106	022	00:15,2	SC4-18	RV
041	090	012	049	119	022	00:15,2	SC4-18	RV
041	100	013	054	132	022	00:15,2	SC4-18	RV

Silicato de sodio comercial

Viscosity	Speed	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature	Time Interval	Spindle	Model
624	010	020	082	013	022	00:15,2	SC4-18	RV
528	020	033	139	026	022	00:15,2	SC4-18	RV
464	030	043	184	040	022	00:15,2	SC4-18	RV
415	040	052	219	053	022	00:15,2	SC4-18	RV
372	050	058	246	066	022	00:15,2	SC4-18	RV
338	060	063	267	079	022	00:15,2	SC4-18	RV
311	070	068	288	092	022	00:15,2	SC4-18	RV
293	080	073	310	106	022	00:15,2	SC4-18	RV
283	090	080	336	119	022	00:15,2	SC4-18	RV
277	100	086	365	132	022	00:15,2	SC4-18	RV

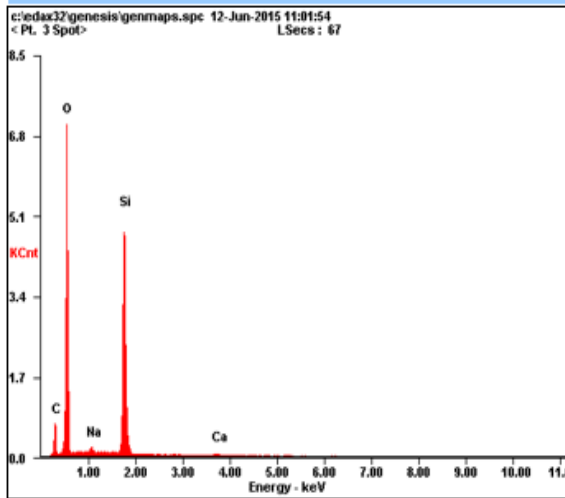
Anexo E. EDS de microscopía electrónica de barrido (SEM) Zona 1.

*Microanalysis Report*

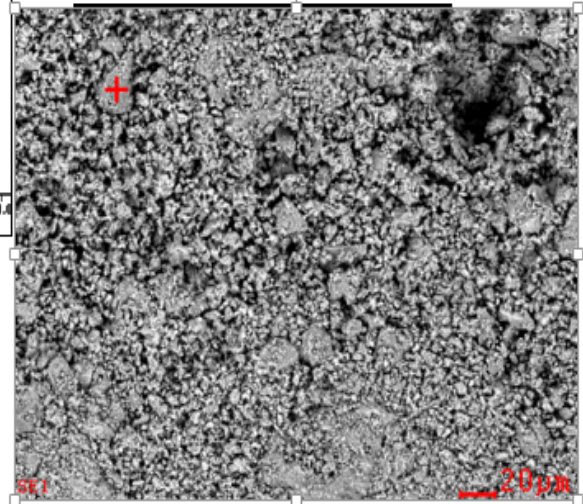


*Prepared for:*            *Company Name Here*

*Prepared by:*            *Your Name Here*                            6/12/2015



<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	10.91	17.14
<i>OK</i>	45.58	53.79
<i>NaK</i>	00.61	00.50
<i>SiK</i>	41.58	27.95
<i>CaK</i>	01.32	00.62
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF

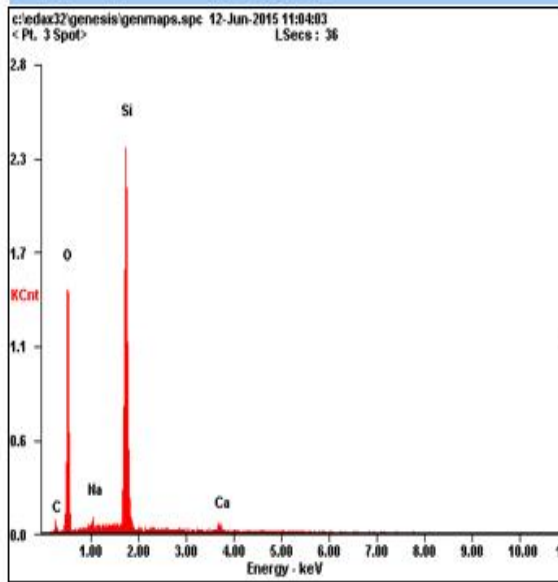


## Anexo 5. EDS de microscopía electrónica de barrido (SEM) Zona 2.

Prepared by:

Your Name Here

6/12/2015



Element	Wt%	At%
CK	03.73	06.76
OK	33.10	45.03
NaK	00.80	00.76
SiK	58.57	45.38
CaK	03.80	02.06
Matrix	Correction	ZAF

