



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

**ANÁLISIS MEDIANTE TERMOGRAVIMETRÍA (640mm Hg) DE DOS
CAOLINES, PARA LA OBTENCIÓN DE METACAOLÍN POR ACTIVACIÓN
TÉRMICA**

Roberto Alfonso Lainfiesta López

Asesorado por el Ing. César Alfonso García Guerra

Guatemala, marzo de 2010

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**ANÁLISIS MEDIANTE TERMOGRAVIMETRÍA (640mm Hg) DE DOS
CAOLINES, PARA LA OBTENCIÓN DE METACAOLÍN POR ACTIVACIÓN
TÉRMICA**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

ROBERTO ALFONSO LAINFIESTA LÓPEZ
ASESORADO POR EL ING. CÉSAR ALFONSO GARCÍA GUERRA
AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, MARZO DE 2010

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
VOCAL I	Inga. Glenda Patricia García Soria
VOCAL II	Inga. Alba Maritza Guerrero de López
VOCAL III	Ing. Miguel Ángel Dávila Calderón
VOCAL IV	Br. Luis Pedro Ortiz León
VOCAL V	Br. José Alfredo Ortiz Herincx
SECRETARIA	Inga. Marcia Ivónne Véliz Vargas

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paíz Recinos
EXAMINADOR	Ing. César Alfonso García Guerra
EXAMINADOR	Inga. Teresa Lisely de León Arana
EXAMINADOR	Ing. Otto Raúl de León de Paz
SECRETARIA	Inga. Marcia Ivónne Véliz Vargas

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

Cumpliendo con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

**ANÁLISIS MEDIANTE TERMOGRAVIMETRÍA (640mm Hg) DE DOS
CAOLINES, PARA LA OBTENCIÓN DE METACAOLÍN POR ACTIVACIÓN
TÉRMICA,**

tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 7 de septiembre de 2009.



Roberto Alfonso Lainfiesta López

Guatemala, 14 de noviembre de 2,009

Ingeniero
Williams G. Alvarez
Director Escuela Ingeniería Química
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Presente.

Estimado Ingeniero Álvarez

Atentamente me dirijo a usted para informarle mi aprobación del Informe Final del trabajo de graduación titulado: **“ANÁLISIS MEDIANTE TERMOGRAVIMETRÍA (640mm Hg) DE DOS CAOLINES PARA LA OBTENCIÓN DE METACAOLÍN POR ACTIVACIÓN TÉRMICA”** que desarrolló el estudiante de Ingeniería Química **Roberto Alfonso Lainfiesta López** y fue asesorado por mi persona.

Sin otro particular y agradeciéndole la atención que se sirva dar a la presente, me suscribo a usted.

Atentamente,

“ID Y ENSEÑAD A TODOS”

Ing. César Alfonso García Guerra
Asesor





Guatemala, 02 de Febrero de 2010
Ref. EI.Q.039.2010

Ingeniero
Williams Guillermo Álvarez Mejía
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Presente.

Estimado Ingeniero Álvarez:

Como consta en el Acta TG-002-10-B-IF le informo que reunidos los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del informe final del trabajo de graduación, para optar al título de INGENIERO QUÍMICO al estudiante universitario **ROBERTO ALFONSO LAINFIESTA LÓPEZ**, identificado con carné No. **2003-13589**, titulado: **"ANÁLISIS MEDIANTE TERMOGRAVIMETRÍA (640mmHg) DE DOS CAOLINES PARA LA OBTENCIÓN DE METACAOLÍN POR ACTIVACIÓN TÉRMICA"** el cual ha sido asesorado por el Ingeniero Cesar Alfonso García Guerra , como consta en el Acta.

Habiendo encontrado el referido informe final **satisfactorio**, se procede a recomendarle autorice al estudiante **Lainfiesta López** proceder con los trámites requeridos de acuerdo a normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

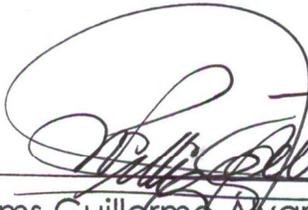
"ID Y ENSEÑAD A TODOS"


Inga Teresa Lisely de León Arana, M.Sc.
COORDINADORA
Tribunal que revisó el informe final
Del trabajo de graduación

C.c.: archivo



El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Trabajo de Graduación del (la) estudiante **ROBERTO ALFONSO LAINFIESTA LÓPEZ** titulado: **“ANÁLISIS MEDIANTE TERMOGRAVIMETRÍA (640mm Hg) DE DOS CAOLINES, PARA LA OBTENCIÓN DE METACAOLÍN POR ACTIVACIÓN TÉRMICA”**. Procede a la autorización del mismo, ya que reúne rigor, coherencia y calidad requeridos.


Ing. Williams Guillermo Alvarez Mejia, MKQ; MPISC
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química



Guatemala, marzo de 2010

Cc: Archivo
WGAM/am



El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al trabajo de graduación titulado: **ANÁLISIS MEDIANTE TERMOGRAVIMETRÍA (640mm Hg) DE DOS CAOLINES, PARA LA OBTENCIÓN DE METACAOLÍN POR ACTIVACIÓN TÉRMICA**, presentado por el estudiante universitario **Roberto Alfonso Lainfiesta López**, procede a la autorización para la impresión del mismo.

IMPRÍMASE.

Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
DECANO



Guatemala, marzo de 2010

/cc

Lo que sabemos es una gota de agua, lo que ignoramos es el océano.

Isaac Newton (1643 – 1727)

AGRADECIMIENTOS A:

Dios	Por el tiempo de vida, oportunidades e infinitas bendiciones concedidas.
Contribuyentes guatemaltecos	Por su aporte económico que financió gran parte de mi educación universitaria.
Mi madre	Teresa López, por su dedicación, esfuerzo y sacrificios que lograron formaron y fuertes valores éticos y cimientos en mi vida académica.
Mis hermanos	Diego y Alicia Lainfiesta López, por su incondicional apoyo y acompañamiento.
Mi padre	Roberto Lainfiesta, por sus incontables esfuerzos que lograron una paulatina inserción a la sociedad y ser un ente de desarrollo para Guatemala.
Mis amigos:	William Fagiani, Julio Vargas y Marcia Salguero de Carranza, por su amistad incondicional, ideas, apoyo y entusiasmo hicieron de este trabajo de graduación una realidad.

Ing. José Manuel Tay

Por su apoyo, confianza depositada y enseñanzas que fueron más allá de lo académico.

Dr. Adolfo Gramajo

Por el interés sembrado, la calidad de docencia y dominio del tema.

Ing. César García

Por su asesoría, sus conocimientos y buen sentido del humor fueron la base fundamental desde principio hasta el fin de este trabajo de graduación.

Ing. Guillermo Schell

Por su incondicional apoyo y colaboración en la recolección primaria del caolín hidrotermal.

Lic. Pedro Hayes

Por su incondicional apoyo y colaboración en proporcionar los medios, para la preparación de pastillas de las muestras obtenidas.

Ing. Luis Orozco

Por su incondicional apoyo y colaboración en proporcionar los medios, para la medición del color de las muestras obtenidas.

Dr. Marino Barrientos

Por su asesoría profesional, fue clave en relación a los temas estadísticos de este trabajo de graduación.

ACTO QUE DEDICO A:

Mis abuelos

José López y Alicia García, aún desde el cielo sigo recibiendo bendiciones de ellos.

Mi madre

Teresa López, mis valores, mis hábitos y muchos de mis logros se los debo a ella.

Mis hermanos

Diego y Alicia Lainfiesta López, han sido la mejor bendición que Dios me ha dado, mucho de lo que soy se los debo a ustedes.

Mis amigos:

William Fagiani, Julio Vargas, Marcia Salguero de Carranza, Marlon Castillo y María Elisa Duarte, con ustedes aprendí que el valor de la amistad incondicional puede hacer cosas grandes.

Mis estudiantes:

Me han enseñado mucho más de los que les pude dar a ustedes.

Mis maestros

Han sido luz de sabiduría y conocimiento a lo largo de mi vida.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	V
LISTA DE SÍMBOLOS	XVII
GLOSARIO	XIX
RESUMEN	XXIII
HIPÓTESIS	XXV
OBJETIVOS	XXVII
INTRODUCCIÓN	XXIX
1. ANTECEDENTES	1
1.1 Termogramas en función de una propiedad física del material	4
2. MARCO TEÓRICO	7
2.1 Importancia de los aditivos de cemento en la industria	7
2.2 Uso de puzolanas como aditivos en cementos	8
2.3 Naturaleza del caolín	12
2.3.1 Propiedades físicas del caolín	12
2.3.2 Composición y estructura cristalina del caolín	13
2.3.3 Explotación minera de caolín en el territorio nacional	15
2.4 Alteraciones metamórficas	17
2.4.1 Generalidades	17
2.4.2 Alteración hidrotermal	18
2.4.3 Alteraciones metamórficas que dan origen al caolín	18
2.5 Naturaleza del metacaolín	20
2.5.1 Formación del metacaolín	20
2.5.2 Efecto puzolánico del metacaolín	23

2.6	Determinación de las propiedades fisicoquímicas del caolín y metacaolín	25
2.6.1	Método de análisis térmico	25
2.6.2	Análisis termogravimétrico	27
2.6.4	Aplicaciones de los métodos termogravimétricos	29
2.7	Teoría del color	30
2.7.1	Generalidades	30
2.7.2	Características para definir un color	31
2.7.3	Fuentes luminosas	32
2.7.4	Características de una fuente de luz	32
2.7.5	Medición por modelos de color	33
2.7.6	Modelo CIE XYZ (1931)	33
2.7.7	Modelo CIE $L^*a^*b^*$ (1976)	36
3.	DISEÑO METODOLÓGICO	39
3.1	Metodología de investigación	39
3.1.1	Revisión de antecedentes	39
3.1.2	Localización del experimento	39
3.2	Metodología experimental	40
3.2.1	Listado de materiales, equipo y reactivos	40
3.2.2	Factores evaluados	48
3.2.3	Variables de respuesta	48
3.2.4	Tratamientos	49
3.2.5	Preparación del experimento	50
3.2.6	Manejo de las muestras	53
3.2.7	Manejo del experimento	55
3.2.8	Tratamiento de variables de respuesta	56
4.	RESULTADOS	65

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS	95
CONCLUSIONES	107
RECOMENDACIONES	111
REFERENCIAS	113
BIBLIOGRAFÍA	119
ANEXOS	121
APÉNDICE	133

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1	Termograma correspondiente a la desc. del oxalato de calcio $\text{CaC}_2\text{O}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$	4
2	Fotografía de barrido electrónico de materiales cementicios	8
3	Diagrama de fase $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$. Localización de materiales puzolánicos.	11
4	Diagrama del sistema cristalino triclinico básico	13
5	Arreglo estructural T-O de la caolinita	14
6	Diagrama de la estructura cristalina de la caolinita	14
7	Diagrama de la estructura cristalina de la caolinita, vista superior	15
8	Gráfica de funciones de color en el modelo CIE XYZ (1931)	35
9	Diagrama de cromaticidad en el modelo CIE XYZ (1931)	36
10	Diagrama del espacio del color CIE- $L^*a^*b^*$ (1976)	37
11	Fotografía de trituradora de cuchillas utilizada	41
12	Fotografía de vibrador y serie de tamices utilizados para separación de partícula	42
13	Fotografía de horno desecador utilizado	43
14	Fotografía de mufla de calcinación utilizada	44
15	Fotografía de incubadora desecadora	44
16	Fotografía de balanza analítica utilizada	45
17	Fotografía de prensa hidráulica utilizada	46
18	Fotografía de empastilladora utilizada	46
19	Fotografía de colorímetro utilizado	47

20	Fotografía de parrilla metálica utilizada	51
21	Fotografía de matraz de LeChatelier especial utilizado	51
22	Fotografía de desecadora especial utilizado	52
23	Fotografía de unidad experimental utilizada	53
24	Termograma – comportamiento de la pérdida de peso en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	68
25	Termograma – comportamiento de la razón cambio en la pérdida de peso en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	68
26	Termograma – comportamiento de la densidad en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	69
27	Termograma – comportamiento de la razón de cambio en la densidad en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	69
28	Termograma – comportamiento de la pérdida de peso en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL	70
29	Termograma – comportamiento de la razón cambio en la pérdida de peso en función de la temperatura de deshidrox. del CAOLÍN HIDROTERMAL	70
30	Termograma – comportamiento de la densidad en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL	71
31	Termograma – comportamiento de la razón de cambio en la densidad en función de la temperatura de deshidrox. del CAOLÍN HIDROTERMAL	71
32	Termograma – comportamiento de la coordenada L^* del color en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	72
33	Termograma – comportamiento de la coordenada L^* del color en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL	72

34	Termograma – comportamiento de la coordenada a^* del color en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	73
35	Termograma – comportamiento de la coordenada a^* del color en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL	73
36	Termograma – comportamiento de la coordenada b^* del color en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	74
37	Termograma – comportamiento de la coordenada b^* del color en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL	74
38	Gráfica comparativa de los termogramas de la pérdida de peso los dos tipos de caolines	75
39	Gráfica comparativa de los termogramas de la razón de cambio en la pérdida de peso para los dos tipos de caolines	75
40	Gráfica comparativa de los termogramas de la densidad para los dos tipos de caolines	76
41	Gráfica comparativa de los termogramas de la razón de cambio en la densidad para los dos tipos de caolines	76
42	Gráfica comparativa de los termogramas de la coordenada L^* del color para los dos tipos de caolines	77
43	Gráfica comparativa de los termogramas de la coordenada a^* del color para los dos tipos de caolines	77
44	Gráfica comparativa de los termogramas de la coordenada b^* del color para los dos tipos de caolines	78
45	Fotografía de muestrario caolines calcinados a diferentes temperaturas	78
47	Matraz de LeChatelier	122
46	Curvas de calibración de las muflas utilizadas para la calcinación	135

TABLAS

I	Composición química de algunos materiales puzolánicos	10
II	Ubicación de licencias vigentes de explotación minera de caolín	16
III	Resumen de técnicas de análisis térmicos	26
IV	Equipo especial utilizado para reducción de partícula	41
V	Equipo especial utilizado para separación de partícula	42
VI	Equipo especial utilizado para modificar la temperatura ambiente	43
VII	Equipo especial para la medición de pérdida de peso y color	45
VIII	Contenido mineral de los caolines evaluados	49
IX	Diseño y construcción de equipo especial	50
X	Tratamientos a evaluados para la realización del termograma de la reacción de deshidroxilación de del caolín hidrotermal y proveniente de toba triturada	54
XI	Ecuaciones para realizar el análisis de varianza	61
XII	Promedio de las tres repeticiones realizadas para la determinación de pérdida de peso y densidad en función de la temperatura de deshidroxilación para ambos tipos de caolines	65
XIII	Promedio de las tres repeticiones realizadas para la determinación del cambio en la pérdida de peso y densidad en función de la temperatura de deshidroxilación para ambos tipos de caolines	66
XIV	Promedio de las tres repeticiones realizadas para las coordenadas del color $L^*a^*b^*$ en función de la temperatura de deshidroxilación para ambos tipos de caolines	66
XV	Expresiones matemáticas empíricas de la pérdida de peso y densidad en función de las coordenadas $L^*a^*b^*$ del color	67

XVI	Interpretación de los datos obtenidos del análisis de varianza realizado para los valores de pérdida de peso para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación	79
XVII	Interpretación de los datos obtenidos del análisis de varianza realizado para los valores de densidad para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación	79
XVIII	Interpretación de los datos obtenidos del análisis de varianza realizado para los valores de la coordenada L^* del color para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación	80
XIX	Interpretación de los datos obtenidos del análisis de varianza realizado para los valores de la coordenada a^* del color para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación	80
XX	Interpretación de los datos obtenidos del análisis de varianza realizado para los valores de la coordenada b^* del color para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación	81
XXI	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de pérdida en peso	81
XXII	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de densidad	82
XXIII	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de la coordenada L^* del color	82
XXIV	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de la coordenada a^* del color	83
XXV	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores de la coordenada b^* del color	83
XXVI	Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la pérdida de peso y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	84

XXVII	Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la densidad y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	85
XXVIII	Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la coordenada L^* del color y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	86
XXIX	Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la coordenada a^* del color y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	87
XXX	Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la coordenada b^* del color y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	88
XXXI	Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la pérdida de peso y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL	89
XXXII	Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la densidad y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL	90
XXXIII	Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la coordenada L^* del color y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL	91
XXXIV	Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la coordenada a^* del color y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL	92
XXXV	Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la coordenada b^* del color y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	93
LXXVI	Valores de las constantes X_n , Y_n , y Z_n según el tipo de iluminante	130
XXXVI	Datos para la calibración de las muflas utilizadas para calcinación	135

XXXVII	Datos obtenidos directamente de la experimentación para la determinación del peso residual, densidad y color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA, CORRIDA 1	136
XXXVIII	Datos obtenidos directamente de la experimentación para la determinación del peso residual, densidad y color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA, CORRIDA 2	136
XXXIX	Datos obtenidos directamente de la experimentación para la determinación del peso residual, densidad y color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA, CORRIDA 3	137
XL	Datos obtenidos directamente de la experimentación para la determinación del peso residual, densidad y color del CAOLÍN HIDROTERMAL, CORRIDA 1	137
XLI	Datos obtenidos directamente de la experimentación para la determinación del peso residual, densidad y color del CAOLÍN HIDROTERMAL, CORRIDA 2	138
XLII	Datos obtenidos directamente de la experimentación para la determinación del peso residual, densidad y color del CAOLÍN HIDROTERMAL, CORRIDA 3	138
XLIII	Determinación de pérdida de peso y densidad del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA, CORRIDA 1	139
XLIV	Determinación de pérdida de peso y densidad del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA, CORRIDA 2	139
XLV	Determinación de pérdida de peso y densidad del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA, CORRIDA 3	140
XLVI	Determinación de pérdida de peso y densidad del CAOLÍN HIDROTERMAL, CORRIDA 1	140
XLVII	Determinación de pérdida de peso y densidad del CAOLÍN HIDROTERMAL, CORRIDA 2	141

XLVIII	Determinación de pérdida de peso y densidad del CAOLÍN HIDROTERMAL, CORRIDA 3	141
XLIX	Determinación de valores promedio y desviación estándar la para pérdida de peso, densidad y color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	142
L	Determinación de valores promedio y desviación estándar para la pérdida de peso, densidad y COLOR DEL CAOLÍN HIDROTERMAL	142
LI	Determinación de velocidades promedio respecto la temperatura para la pérdida de peso y densidad en ambos caolines	143
LII	Análisis de varianza realizado para los valores de pérdida de peso para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación	143
LIII	Análisis de varianza realizado para los valores de densidad para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación	143
LIV	Análisis de varianza realizado para los valores de la coordenada L^* del color para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación	144
LV	Análisis de varianza realizado para los valores de la coordenada a^* del color para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación	144
LVI	Análisis de varianza realizado para los valores de la coordenada b^* del color para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación	144
LVII	Comparadores de parejas medias de Tukey	144
LVIII	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de pérdida en peso	145
LIX	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de densidad	145
LX	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de la coordenada L^* del color	146

LXI	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de la coordenada a^* del color	146
LXII	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores de la coordenada b^* del color	147
LXIII	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la pérdida de peso del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	148
LXIV	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la densidad del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	149
LXV	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la coordenada L^* del color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	150
LXVI	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la coordenada a^* del color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	151
LXVII	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la coordenada b^* del color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	152
LXVIII	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la pérdida de peso del CAOLÍN HIDROTERMAL	153
LXIX	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la densidad del CAOLÍN HIDROTERMAL	154
LXX	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la coordenada L^* del color del CAOLÍN HIDROTERMAL	155

LXXI	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la coordenada a^* del color del CAOLÍN HIDROTERMAL	156
LXXII	Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la coordenada b^* del color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA	157
LXXIII	Efectos lineales y variables dependientes del modelo de regresión lineal de la pérdida de peso y densidad en función de las coordenadas del color $L^*a^*b^*$	158
LXXIV	Efectos cuadráticos del modelo de regresión lineal de la pérdida de peso y densidad en función de las coordenadas del color $L^*a^*b^*$	159
LXXV	Efectos cuadráticos y cúbicos simples del modelo de regresión lineal de la pérdida de peso y densidad en función de las coordenadas del color $L^*a^*b^*$	160

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Descripción
a^*	Define la desviación del punto cromático correspondiente a la luminosidad L^* hacia el rojo + o hacia el verde – (adimensional)
$Al_2O_3\%$	Porcentaje en peso de óxido de aluminio (%)
b^*	Define la desviación del punto cromático correspondiente a la luminosidad L^* hacia al azul - o al amarillo + (adimensional)
L^*	Corresponde a la claridad o luminosidad de la muestra y va de 0 - negro a 100 - blanco (adimensional)
$SiO_2\%$	Porcentaje en peso de óxido de silicio (%)
T	Temperatura de calcinación ($^{\circ}C$)
$\%pp$	Porcentaje de pérdida de peso (%)
ρ	Densidad absoluta (g/cm^3)
$\frac{\partial m}{\partial T}$	Razón de cambio de la pérdida de peso respecto la temperatura de calcinación ($g/^{\circ}C$)

$$\frac{\partial \rho}{\partial T}$$

Razón de cambio de la pérdida de peso respecto la temperatura de calcinación(g/cm³°C)

GLOSARIO

Arcilla	Agregados de silicatos de aluminio hidratados, procedentes de la descomposición de minerales de aluminio. Presenta diversas coloraciones según las impurezas que contiene, siendo blanca cuando es pura. Surge de la descomposición de rocas que contienen feldespato, originada en un proceso natural que dura decenas de miles de años.
Densidad	Magnitud referida a la cantidad de masa contenida en un determinado volumen.
Caolín	Silicato de aluminio hidratado formado por la descomposición de feldespato y otros silicatos de aluminio. Su fórmula es $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ o $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Caolín hidrotermal	Mineral originado por la alteración hidrotermal por hidrólisis del feldespato en ambientes húmedos, cargados vapor y de CO_2 .
CIE-$L^*a^*b^*$	Modelo cromático usado para describir todos los colores que puede percibir el ojo humano. Los tres parámetros en el modelo representan la luminosidad de color (L^* , $L^*=0$ rendimientos negro y $L^*=100$ indica blanca), su posición

entre magenta y verde (a^* , valores negativos indican verde mientras valores positivos indican magenta) y su posición entre amarillo y azul (b^* , valores negativos indican azul y valores positivos indican amarillo).

Color

Percepción visual que se genera en el cerebro al interpretar las señales nerviosas que le envían los fotorreceptores de la retina del ojo y que a su vez interpretan y distinguen las distintas longitudes de onda que captan de la parte visible del espectro electromagnético.

Deshidroxilación

Desplazamiento de los grupos hidroxilos del caolín por acción del calor formando metacaolín, causando un desplome cristalino y así aumentando la compacticidad del producto obtenido respecto del material inicial.

Esquistosidad

Disposición en hojas oblicuas a los planos de estratificación y determinada por movimientos tectónicos. El frente de esquistosidad es la zona límite a partir de la cual aparece esta disposición en hojas. Por debajo de este frente, los esquistos están afectados por el clivaje de factura.

Fraguado

Reacción química endotérmica que inicia cuando el cemento y el agua entran en contacto que determina el paulatino endurecimiento de la mezcla. Dentro del proceso general de endurecimiento se presenta un estado en que la mezcla pierde apreciablemente su plasticidad y se vuelve

difícil de manejar; tal estado corresponde al fraguado inicial de la mezcla. A medida que se produce el endurecimiento normal de la mezcla, se presenta un nuevo estado en el cual la consistencia ha alcanzado un valor muy apreciable; este estado se denomina fraguado final.

Feldespato

Grupos de minerales constituyentes fundamentalmente de las rocas ígneas aunque pueden encontrarse en cualquier otro tipo de roca. Los feldespatos corresponden a los silicatos de aluminio y de calcio, sodio o potasio, o mezclas de estas bases.

Hormigón

Material resultante de la mezcla de cemento (u otro conglomerante) con áridos (grava, gravilla y arena) y agua. El cemento, mezclado con agua, se convierte en una pasta moldeable con propiedades adherentes, que en pocas horas fragua y se endurece tornándose en un material de consistencia pétreo.

Meseta

Zona de estabilidad de cualquiera de las variables de estudio: pérdida porcentual de peso, densidad o coordenadas del color ($L^*a^*b^*$) en función de la temperatura de deshidroxilación.

Metacaolín

El metacaolín es un material cementante suplementario, dado que es un aluminosilicato activado térmicamente, que se produce al calcinar el caolín a temperaturas alrededor de 500°C y 600°C.

Mullita	Arcilla cuya fórmula química es $Al_6Si_2O_{13}$, por lo tanto un silicato de aluminio. Es producida artificialmente y usada como refractario.
Puzolana	Materiales silíceos o alumino-silíceos, los cuales por sí solos poseen poco o ningún valor cementante, pero cuando se han dividido finamente y están en presencia de agua reaccionan químicamente con el hidróxido de calcio a temperatura ambiente para formar compuestos con propiedades cementantes
Toba	Roca ligera, de consistencia porosa, formada por la acumulación de cenizas u otros elementos volcánicos muy pequeños, en su mayoría silicatos y aluminatos expelidos por los respiraderos durante una erupción volcánica
Termograma	Gráfica que muestra el comportamiento de una propiedad fisicoquímica de cierto material en función de la temperatura.
Termogravimétrico, Análisis (TGA)	Estudio en el que se registra en forma continua la masa de una muestra a medida que se aumenta su temperatura en forma lineal desde la temperatura ambiente hasta valores tan altos como 1,200°C.

RESUMEN

En el presente estudio de la deshidroxilación de dos tipos de caolines de diferente tipo de meteorización metamórfica, uno de los caolines de tipo hidrotermal y el otro por trituración de tobas, se realizó un análisis químico y una termogravimetría como herramienta, en el cual se evaluaron los cambios de masa residual, densidad y color que sufre el material cuando se aumenta gradualmente la temperatura de deshidroxilación, con el fin de observar si influyen o no el tipo de alteración metamórfica, las cuales se observan en las propiedades fisicoquímicas del material durante la reacción.

Se realizaron curvas termogravimétricas, obtenidas de la relación entre la pérdida de peso, densidad (ASTM C 188-95) y coordenadas del color $L^*a^*b^*$ (UNE 80117:2001) con la temperatura. Los análisis del experimento se realizaron para los dos tipos de caolines en un rango de 12 temperaturas, desde la ambiental hasta los 900°C, resultando 24 tratamientos con tres repeticiones cada uno. El tiempo de residencia fue de una hora adicionando la transición de una temperatura a otra, que en promedio fue de 12 minutos.

Mediante un análisis de varianza y pruebas de Tukey, se determinó que la alteración metamórfica de los caolines produce variaciones significativas en la pérdida de peso y la densidad en un rango de temperaturas de 110 a 900°C y 280 a 773°C respectivamente. Asimismo estos análisis demostraron que en ambos caolines la coordenada L^* da como resultado diferencias significativas en un rango de temperaturas de 25 a 573°C, mientras las coordenadas a^* y b^* muestran diferencias significativas en todo el rango de temperaturas evaluadas. La cantidad de óxido de silicio y aluminio fue de 21.77% y 20.39% para el caolín de toba triturada y de 56.33% y 19.23% para el caolín hidrotermal.

HIPÓTESIS

Es posible realizar un estudio de la deshidroxilación de dos caolines de diferentes fuentes de alteración metamórfica con el propósito de evaluar las variaciones de masa, densidad y las coordenadas $L^*a^*b^*$ del color en función de la temperatura y su relación entre sí para un tiempo de tratamiento térmico fijo.

Hipótesis nula

Ho = No existen variaciones significativas en la respuesta calculada en los tratamientos de termogramas de dos tipos de caolines, debido a que provienen de diferentes fuentes de alteración metamórfica (α) o por la temperatura de deshidroxilación (β).

$$Ho: \mu_{\alpha 1} = \mu_{\alpha 2} = 0$$

$$Ho: \mu_{\beta 1} = \mu_{\beta 2} = \mu_{\beta 3} = \mu_{\beta 4} = \mu_{\beta 5} = \mu_{\beta 6} = \mu_{\beta 7} = \mu_{\beta 8} = \mu_{\beta 9} = \mu_{\beta 10} = \mu_{\beta 11}$$

Hipótesis alterna

Ha = Existe variaciones significativas en al menos dos de las respuestas encontradas en el estudio de termogramas de caolines, debido a que provienen de diferentes fuentes de alteración metamórfica (α) o por la temperatura de deshidroxilación (β).

$$Ha: \text{al menos una } \mu_{\alpha i} \neq 0$$

$$Ha: \text{al menos una } \mu_{\beta j} \neq 0$$

OBJETIVOS

General:

Evaluar las variaciones másicas (Δm), de densidad ($\Delta \rho$) y de coordenadas del color $\Delta (L^*a^*b^*)$ en minerales de caolín proveniente de dos fuentes de alteración metamórfica para obtener los termogramas resultantes debido a la cantidad de agua perdida para obtener metacaolín durante un tiempo de tratamiento fijo.

Específicos:

1. Determinar la variación de pérdida en peso en función del incremento de la temperatura durante la deshidroxilación de dos caolines provenientes de de fuente hidrotermal y de la trituración de tobas.
2. Determinar la variación de densidad según modificación a la norma ASTM C 188:95 en función del incremento en la temperatura durante la deshidroxilación de dos caolines provenientes de de fuente hidrotermal y de la trituración de tobas.
3. Determinar la variación en las coordenadas $L^*a^*b^*$ del color, según modificación a la norma UNE 80117: 2001 en función del incremento de la temperatura durante la deshidroxilación de dos caolines provenientes de fuente hidrotermal y de la trituración de tobas.

4. Determinar la relación entre la variación de densidad y pérdida de peso en función de la variación en las coordenadas $L^*a^*b^*$ del color según modificación a la norma UNE 80117: 2001 durante la deshidroxilación de dos caolines provenientes de fuente hidrotermal y de la trituración de tobas.

5. Evaluar la existencia de diferencias significativas en las variables de respuesta de los dos tipos de caolines en relación con su deshidroxilación a metacaolín en función de un análisis de varianza (ANOVA).

INTRODUCCIÓN

El proceso de calcinación del caolín ha sido estudiado por varios investigadores cuyos resultados han mostrado, que en un rango de temperatura determinado, da origen a un metacaolín de alta reactividad. El caolín siendo un material silíceo o silicoaluminoso, por si mismo, posee poco o ningún valor cementicio pero activado térmicamente, finamente molido y en presencia de humedad, reacciona químicamente con hidróxido de sodio a temperatura ordinaria y forma compuestos de propiedades cementantes.

Por esta razón, el reemplazo parcial de cementos ordinarios, por material puzolánico natural o artificial, puede ser ventajoso, debido a que estos materiales mejoran una o más propiedades, tales como la resistencia a la compresión y/o las propiedades de durabilidad. Debido a la reacción con el hidróxido de sodio, se desarrolla en el material una estructura de poro fino con una permeabilidad reducida.

Existen diversos métodos para determinar las propiedades tanto de los reactivos como productos en una reacción. En este caso particular mediante una reacción de deshidroxilación a partir de caolín, da como productos metacaolín y agua. Uno de estos métodos es la termogravimetría o análisis termogravimétrico, en el cual se analiza el comportamiento de una o varias propiedades físicas o químicas de la sustancia, generalmente la masa, durante un período de calentamiento controlado.

En este estudio, se analizó el efecto en la obtención de metacaolín en función de la diferente alteración metamórfica en dos tipos de caolines a través de la reacción de deshidroxilación mediante un aumento gradual de temperatura hasta alcanzar los 900°C. Las variaciones de masa de las muestras, el cambio de densidad absoluta y las

coordenadas $L^*a^*b^*$ del color presente en el producto obtenido a diferentes temperaturas fueron las respuestas del experimento.

Basándose en los resultados del tratamiento térmico se determinó si la alteración en dichos caolines es significativa. El primer tipo de caolín se describe como un feldespatos que a través de una alteración hidrotermal da origen a un caolín arcilloso y esquístico (caolín hidrotérmico). El segundo se cataloga como la misma roca silicoaluminosa inicial pero su propiedad arcillosa se obtiene triturando dicha roca hasta obtener un tamaño de partícula relativamente pequeño sin estructura esquística.

Sabiendo que un caolín proviene de una alteración hidrotermal y el otro es producto de la trituración de la roca, se pretende estudiar el comportamiento de sus propiedades fisicoquímicas estableciendo parámetros de variación a lo largo de la calcinación.

1. ANTECEDENTES

Existen varios estudios relacionados directamente con este trabajo de investigación, entre los cuales se encuentran tres tipos. Primeramente los asociados a pasados estudios termogravimétricos, luego seguirían las patentes relacionadas con la producción de metacaolín y finalmente otros estudios de la calcinación de la caolinita.

Se han realizado algunos estudios concernientes al proceso de calcinación por parte de estudiantes de la Facultad de Ingeniería Química que realizaron su trabajo de graduación asesorados por el Ing. Qco. César Alfonso García Guerra del Centro de Investigaciones de Ingeniería USAC (Guatemala, Centroamérica).

La Inga. Karen Ochaeta (2004) realizó un análisis del estudio de tres calizas con diferente contenido de magnesio, en función de la densidad mediante el uso de curvas termogravimétricas, concluyendo que para éste análisis es más sensible al cambio de temperatura que el relacionado con el peso residual, que su comportamiento se interpreta como un cambio en la estructura cristalina del material y que el porcentaje de magnesio en diferentes calizas influye para que existan diferencias significativas en la variación de peso en función de la temperatura a 750 y 950°C. (14)

En 2005, el Ing. Marvin Samayoa elaboró un análisis comparativo de cales hidratadas provenientes de los proceso de manufactura de calizas de alto calcio y de la producción de acetileno también mediante un análisis de termogravimetría (TGA). (18)

Investigaciones fuera del territorio nacional han tenido trascendencia en el desarrollo de la producción de metacaolín a nivel industrial. En su mayoría se encuentran avances

en los Estados Unidos de América, países de Europa y Colombia, los cuales se citan a continuación:

William J. Proctor y otros investigadores en asociación con Southern Clays Inc. (Atlanta, Georgia, EEUU) patentaron en 1961 procedimientos nuevos y mejorados para fabricar productos de arcillas calcinadas. Esta invención da como resultado arcillas calcinadas de baja abrasión, alta blancura y brillantez, dichas características son valiosas en la producción de papel, pinturas y productos similares. (15)

En 1987, Bomi M. Bilmoria junto con otros investigadores en asociación con la compañía E. C. C. America Inc. (Atlanta, Georgia, EEUU) patentaron un método para mejorar la maniobrabilidad de caolín calcinado y otros productos arcillosos mediante la modificación de temperaturas y tiempos de calcinación de caolín hidrotermal. La maniobrabilidad del caolín originado por este invento va asociada a un incremento de la densidad aparente y una disminución en el tiempo de su humectación. (4)

Bajo la dirección de William D. Smiley y otros investigadores en asociación con North American Refractories Co. (Cleveland, Ohio, EEUU) patentaron en 1998 el método de producción de metacaolín usado como aditivo en materiales cementicios, mediante tratamiento térmico de caolín. Este método describe los pasos para la formación de metacaolín en polvo para reducir el contenido de hidroxilos para luego producir un material de estructura amorfa con un tamaño de partícula de mesh 325 o menos. (19)

En 1955, G. W. Brindley y K. Hunter (Düsseldorf, Alemania) determinaron las reacciones térmicas de la nacrita y los pasos para la formación de metacaolín, γ -alúmina y mullita. Este estudio determinó mediante un análisis por difracción de rayos X que este tipo de arcilla mostraba una estructura amorfa durante un calentamiento progresivo entre

550°C y 900°C. Este producto generalmente se le llama metacaolín, que luego de este calentamiento se transforma en γ -alúmina y mullita por arriba de los 950°C con estructuras cristalinas claramente definidas. (8)

El Departamento de Ciencias de la Tierra de la Universidad de Cambridge (Cambridge, Reino Unido) en conjunto con la Sociedad Mineralógica Americana lograron determinar la cinética de la deshidroxilación de la caolinita para su formación a metacaolín. Esta investigación se realizó por el método de termogravimetría isotérmica determinando diferentes grados de deshidroxilación a lo largo de la reacción. Los datos cinéticos mostraron que los mecanismos moleculares de la reacción operan en un rango de temperaturas entre 500°C y 650°C con una energía de activación de 222kJ mol^{-1} . (7)

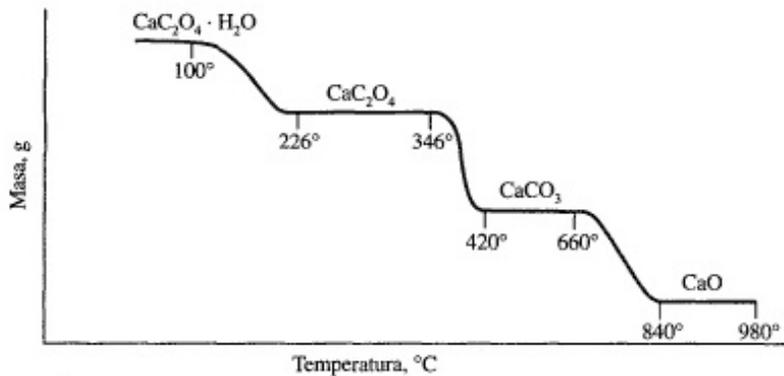
En 2006, Juan C. Restrepo Gutiérrez, Oscar J. Restrepo Baena y Jorge I. Tobón en asociación con el Grupo del Cemento y Materiales de Construcción de la Universidad Nacional de Colombia (Medellín, Colombia) realizaron un estudio sobre los efectos de la adición de metacaolín en el cemento Pórtland. Dicho estudio se realizó mediante técnicas convencionales de difracción de rayos X determinando la estructura del metacaolín adicionado y propiedades de resistencia mecánica, permeabilidad y durabilidad del hormigón armado. (9)

Respecto a estudios de termogravimetría, se ha encontrado que funcionan como una herramienta útil para la caracterización y comportamiento térmico de ciertos materiales, los cuales muestran variación de su peso y densidad específica en función de la temperatura.

En la Figura 1 se muestra un termograma de oxalato de calcio monohidratado ($\text{CaC}_2\text{O}_4\text{H}_2\text{O}$), a una velocidad de $5^\circ\text{C}/\text{min}$. Las regiones horizontales bien definidas corresponden a los intervalos de temperatura en los cuales los compuestos de calcio que

se indican son estables. En esta figura se ilustra una de las importantes aplicaciones de la termogravimetría: definir las condiciones térmicas necesarias para producir una forma pura ponderable para la determinación gravimétrica y densimétrica de una especie química. La última sección de la gráfica de la Figura 1 muestra el comportamiento termogravimétrico del carbonato de calcio a una presión de 760 mm Hg. (29)

Figura 1. Termograma correspondiente a la descomposición del oxalato de calcio $\text{CaC}_2\text{O}_4\text{H}_2\text{O}$



Fuente: Martínez, Luis Romaní. **Calorimetría y Análisis térmico**. Pág. 1

Actualmente, los métodos termogravimétricos se han utilizados principalmente para la identificación de polímeros y sus mecanismos de descomposición.

1.1 Termogramas en función de una propiedad física del material

Los estudios termogravimétricos se basan generalmente en la variación de peso en el material analizado en función de la temperatura de reacción o de calentamiento, sin embargo, la simple pérdida o ganancia de peso no proporciona mucha información en cuanto a un posible cambio en las propiedades fisicoquímicas de dicho material. Por esta

razón, es necesario relacionar la temperatura de reacción con una propiedad intrínseca del material, como lo es la densidad de la muestra; con un termograma en función de la densidad absoluta se espera encontrar zonas de variación más diversas que se puedan relacionar de alguna manera con un cambio en la estructura cristalina del caolín durante su proceso de calcinación a diferentes temperaturas. (36).

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Importancia de los aditivos de cemento en la industria

En la industria de la construcción se han desarrollado múltiples aditivos para hormigón, a fin de lograr otorgarle diversas características. La adición de éstos tiene por objetivo mejorar las propiedades del hormigón, tanto en estado fresco como sólido.

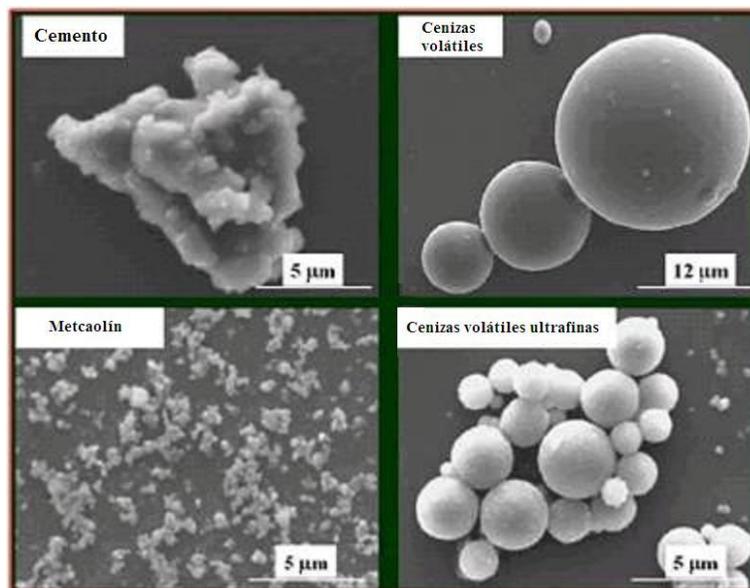
En su forma básica, el concreto es una mezcla de cemento de diferentes resistencias físico-mecánicas, agua y agregados finos y gruesos. El principal material cementante en el hormigón es el cemento. Hoy en día la mayoría de las mezclas de concreto contienen adiciones al cemento que constituyen una porción del material cementante. Estos materiales son generalmente subproductos de otros procesos o materiales de origen natural, ellos pueden o no ser procesados antes de ser utilizados en los concretos. Algunos de estos agregados son denominados puzolanas, que por sí mismos no tienen propiedades cementicias, pero cuando se utilizan con el cemento, reaccionan para formar componentes cementantes. Otros materiales, como las escorias sí exhiben este tipo de propiedades. (16-7)

Para su uso en el concreto, las adiciones al cemento, algunas veces son referidos como adiciones minerales pero necesitan cumplir los requerimientos de las normas establecidas. Ellos pueden ser incorporados individualmente o en combinación en el concreto como también pueden ser añadidos a la mezcla de concreto como un cemento que contenga la adición inclusive como un ingrediente dosificado separadamente en la planta de concreto premezclado. (12)

2.2 Uso de puzolanas como aditivos en cementos

Las puzolanas son materiales inorgánicos, naturales o artificiales, silíceos o sílicoaluminosos con pequeñas cantidades de calcio, magnesio, hierro, potasio y sodio, que por sí solos poseen poco o ningún valor cementante. Están conformadas por partículas finamente divididas, amorfas o de muy pobre cristalinidad, que al entrar en contacto con un medio húmedo y a una temperatura ambiente, reaccionan químicamente con el hidróxido de calcio libre del proceso de hidratación del cemento, formando silicatos dicálcicos hidratados (tobermorita) y aluminatos dicálcicos hidratados (gehlenita), encargados de la mayor parte de las propiedades físicas, químicas y mecánicas de las pastas, morteros y los hormigones. (16-8)

Figura 2. Fotografía de barrido electrónico de materiales cementicios



Fuente: Instituto de Materiales de Construcción, Facultad de Ingeniería Civil, Universidad de Tehran, Iran.
Materiales cementicios suplementarios. Pág. 1

Los cementos puzolánicos, son cementos adicionados, que se usan en la construcción de obras en donde los cementos tradicionales no logran cumplir con las funciones necesarias para su uso, debido a aspectos que puedan afectar la durabilidad y la estabilidad necesaria del elemento, o de acuerdo a requerimientos propios exigidos al material, tales como poder disminuir el calor de hidratación, la porosidad o la plasticidad de las mezclas. (1-2)

La utilización de las puzolanas en el cemento, en términos generales, presenta un efecto en la disminución del calor de hidratación debido a que tiene un menor porcentaje de los compuestos responsables de la elevación de la temperatura durante el fraguado del cemento, lo que implica una menor formación de capilares y por ende una mayor densidad y compacticidad, a su vez necesita una menor utilización de agua para el curado de los elementos realizados con este tipo de mezclas. Además, estas adiciones activas mejoran el desarrollo de resistencias y aumenta la durabilidad de los morteros y hormigones. (5-149)

Las puzolanas pueden clasificarse según su origen en puzolanas naturales y puzolanas artificiales. Entre las primeras se encuentran las cenizas volcánicas, tobas volcánicas, zeolitas, tierras de diatomeas (diatomitas). Entre las segundas se destacan las cenizas volantes, arcillas activadas térmicamente, microsílíce (humo de sílice), cenizas de cáscara de arroz y escoria de Alto Horno o de fundición.

Las puzolanas artificiales son generalmente subproductos industriales y materiales tratados térmicamente, tales como el caolín; el cual no presenta ningún tipo de actividad puzolánica hasta el momento en que se destruye o se transforma su estructura cristalina mediante un tratamiento térmico a temperaturas entre 500 y 600°C, cuando se produce la calcinación del material. (12-35)

A continuación se presenta un cuadro comparativo en la Tabla I y la Figura 3, que hace referencia a los intervalos, de la composición química, de los materiales puzolánicos, como metacaolines, polvo de perlita, cenizas volantes y humo de sílice, así mismo se destacan algunos cementos.

Tabla I. Composición química de algunos materiales puzolánicos

Material	Composición			
	SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	CaO %
Metacaolín	49.55 - 75.53	23.11 – 45.29	0.57 4.32	0.00 – 2.71
Humo de sílice	96.00	0.30	0.20	0.03
Polvo de perlita	76.89	10.51	2.48	0.12
Escorias de alto	32.71	15.75	1.38	42.11
Cenizas volantes	49.80 – 53.36	26.40 – 26.99	4.94 – 9.30	0.00 – 1.40

Fuente: Juan Camilo Restrepo Gutiérrez y otros, **Efectos de la adición de Metacaolín en el cemento Pórtland**. Pág. 153

De la tabla anterior se puede establecer la composición química de los materiales reconocidos y manejados como puzolánicos, tales como el Metacaolín. En todos los casos los porcentajes totales de SiO₂ y Al₂O₃ varían entre el 90 y 48%, el humo de sílice está en 96%; para el caso de las cenizas volantes el porcentaje se hace un poco menor, pero no de manera considerable, alrededor de 82%; para el polvo de perlita 87% y para las escorias de alto horno alrededor del 48%.

Entre las propiedades que se le pueden atribuir a los cementos con adiciones, se encuentra la referente a su cualidad puzolánica, que consiste en una serie de reacciones ocurridas durante la etapa de fraguado y endurecimiento. Además, contribuyen al aumento de las resistencias mecánicas y durabilidad, propiedades más altas de las que se alcanzarían sin la adición de puzolanas. (9)

Figura 3. Diagrama de fase CaO – SiO₂ – Al₂O₃, localización de materiales puzolánicos



Fuente: Juan Camilo Restrepo Gutiérrez y otros, **Efectos de la adición de Metacaolín en el cemento Pórtland**. Pág. 153

Los hormigones presentan una excelente resistencia al ataque químico frente a aguas ácidas; pero la resistencia a la compresión temprana suele presentarse ligeramente inferior con respecto al cemento Pórtland puro. Después de 90 días esta diferencia se anula o se minimiza, debido a que los silicatos activados de la puzolana reaccionan con el hidróxido de calcio libre que resulta como subproducto de las reacciones químicas en la hidratación del cemento, especialmente de la cal libre, la alita y la belita. Otra propiedad es la de ser resistente a los sulfatos, la cual es una consecuencia de la reacción de la puzolana con los aluminatos del clínker, al posibilitar la solubilidad de éstos últimos. Adicionalmente, estos productos contribuyen a una mayor impermeabilidad del hormigón y presentan un comportamiento más estable a la reacción con los álcalis del cemento, convirtiéndolo en un inhibidor de la reacción álcali-agregado determinado por un análisis de reactividad potencial.

En el comportamiento del hormigón en estado fresco, elaborado con cementos adicionados, se puede destacar que las características de las partículas puzolánicas, le otorgan una mayor trabajabilidad y una mayor cohesión de la matriz, que evita la segregación de los agregados finos y gruesos durante su manipulación y colocación. Sin embargo, la trabajabilidad de la mezcla se puede ver afectada por la reacción del material puzolánico con el agua y con la cal libre, lo cual implica que se de la necesidad de agregar algún tipo de aditivo tal como plastificantes o superplastificantes que mejoren la trabajabilidad de las mezclas. (10)

2.3 Naturaleza del caolín

2.3.1 Propiedades físicas del caolín

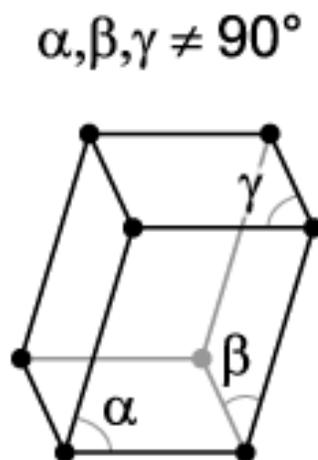
El caolín es un silicato de aluminio hidratado, producto de la descomposición de rocas feldespáticas principalmente. El término caolín se refiere a arcillas en las que predomina el mineral caolinita; tiene una densidad real de 2.60 g/cm^3 a 2.63 g/cm^3 ; su dureza es 2 en la escala de Mohs; de color blanco, puede tener diversos colores debido a las impurezas; brillo generalmente terroso mate; es higroscópico (absorbe agua); su plasticidad es de baja a moderada. (25)

Otras propiedades importantes son su blancura, su inercia ante agentes químicos, es inodoro, aislante eléctrico, moldeable y de fácil extrusión; resiste altas temperaturas, no es tóxico ni abrasivo y tiene elevada refractariedad y facilidad de dispersión. Es compacto, suave al tacto y difícilmente fusible. Tiene gran poder cubriente y absorbente y baja viscosidad en altos porcentajes de sólidos. Además toma color azul cuando se humedece con nitrato de cobalto y se calcina (aluminio). Se reconoce por su carácter arcilloso, pero sin ayuda de rayos X es imposible distinguirlo de otros minerales. (17)

2.3.2 Composición y estructura cristalina del caolín

La caolinita muestra pocas variaciones en su composición. Para $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, Al_2O_3 39.5%, SiO_2 46.5% y H_2O 14%. Su estructura cristalina es triclínica en láminas muy pequeñas, delgadas, rómbicas o de forma hexagonal. ($a = 5.14 \text{ \AA}$, $b = 8.93 \text{ \AA}$, $c = 7.37 \text{ \AA}$; $\alpha = 91^\circ 48'$, $\beta = 104^\circ 30'$, $\gamma = 90^\circ$). (17)

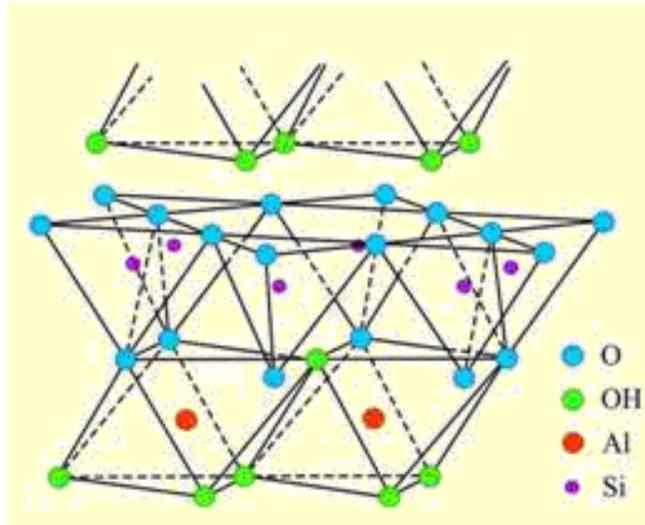
Figura 4. Diagrama del sistema cristalino triclínico básico



Fuente: Mike Howard y Darcy Howard, **Introducción a la Cristalografía y Sistemas Cristalinos**. Pág. 1.

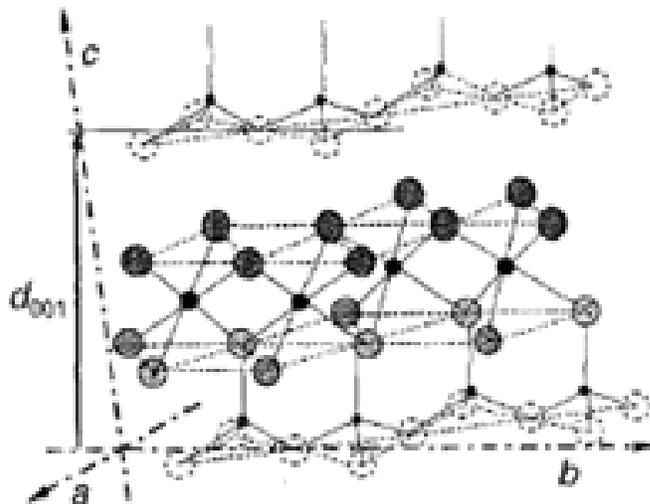
Generalmente la caolinita se encuentra en masas arcillosas, tanto compactas como sueltas. La unidad fundamental de la estructura del caolín es la lámina T-O, o sea la lámina 1:1, una hoja de tetraedros (T) de silicio-oxígeno unida a otra hoja de octaedros (O) de aluminio-oxígeno-OH. La sustitución del silicio por otro elemento, como el aluminio, o bien la sustitución del aluminio en la hoja tipo O por otro elemento de menor carga, por ejemplo el magnesio, causa un cambio químico en el material pero mantiene esencialmente la misma estructura. (28).

Figura 5. Arreglo estructural T-O de la caolinita



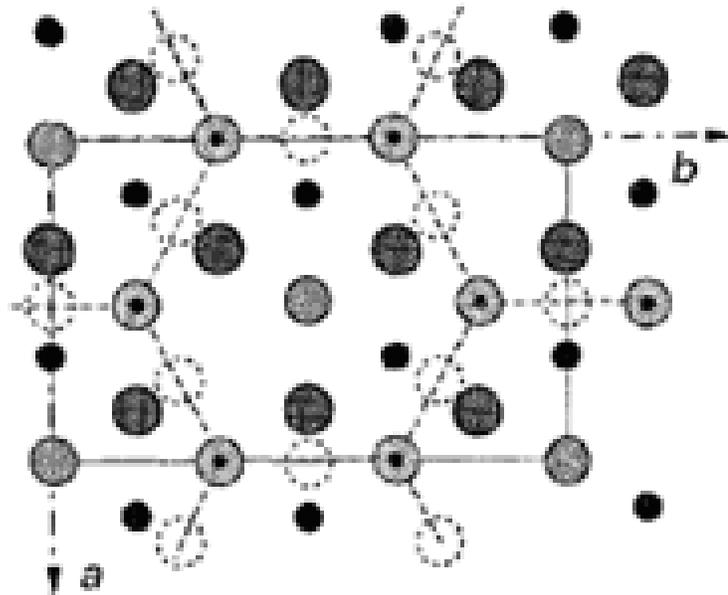
Fuente: Salisbury Dana, Edward. **Tratado de Mineralogía**. Pág. 606.

Figura 6. Diagrama de la estructura cristalina de la caolinita



Fuente: David J. Hobbs y otros, **All-atom ab initio energy minimization of the kaolinite crystal structure**. Pág. 658

Figura 7. Diagrama de la estructura cristalina de la caolinita, vista superior



Fuente: David J. Hobbs y otros, **All-atom ab initio energy minimization of the kaolinite crystal structure**. Pág. 658

2.3.3 Explotación minera de caolín en el territorio nacional

En Guatemala existen diversos yacimientos arcillosos que fuentes principales de caolín para la industria cerámica y papelera local. Regularmente el caolín se encuentra de dos maneras: la primera de forma hidrotermal, el cual tiende a ser más suave y blanco pero mezclado con rocas sedimentarias; y la segunda en tobas caolínicas las cuales tienen un caolín más puro con cierto contenido de sílice pero sin naturaleza esquística y por ende con una dureza de Mohr relativamente mayor. A continuación se expone un listado actual de ubicaciones de licencias vigentes de explotación minera de caolín en el territorio nacional.

Tabla II. Ubicación de licencias vigentes de explotación minera de caolín

Nombre de la empresa	Minerales o rocas	Municipio(s)	Departamento(s)
Saúl Monroy Lemus	Toba caolinítica	San José La Arada	Chiquimula
Marco Tulio Morales	Toba caolinítica	San José La Arada	Chiquimula
Ricardo Solís Machorro	Bentonita y caolín	San José La Arada	Chiquimula
Guatemalteca de Suministros, S.A.	Bentonita, caolín	San Juan Ermita	Chiquimula
Minerales Efeso, S.A.	Minerales de arcilla (grupos de caolinita, illita y montmorillonita)	Esquipulas, Concepción Las Minas	Chiquimula
Caban S.A.	Minerales de arcilla, (grupo de caolinita y montmorillonita)	San Antonio La Paz	El Progreso
Pulverizadora Guamilco, S.A.	Caolín y piedra verde	San Antonio La Paz	El Progreso
Israel González Reyes	Arena de sílice, caolín, bentonita y materiales arcillosos	San Antonio La Paz	El Progreso
Jorge Romeo Sandoval Donis	Arena, grava y toba caolinizada	San Antonio La Paz y Palencia	Guatemala
Minerales Industriales de Centroamérica, S.A.	Caolín y materiales arcillosos	San Juan Sacatepéquez	Guatemala
Juan Granados Pocon	Toba caolinizada	San Pedro Sacatepéquez	Guatemala
Minerales Efeso, S.A.	Caolín, illita y montmorillonita	Morales y Puerto Barrios	Izabal
Hugo Antulio Rehbach de León	Bentonita, caolín	San Luis Jilotepeque	Jalapa
Incesa, S.A.	Caolín y sílice	Oratorio y Jalpatagua	Santa Rosa y Jutiapa

Fuente: Unidad de Información Pública del Ministerio de Energía y Minas de Guatemala, **Ubicación de licencias vigentes de explotación minera de caolín en el territorio nacional.** Pág. 1

2.4 Alteraciones metamórficas

2.4.1 Generalidades

La alteración metamórfica o meteorización es la desintegración y descomposición de una roca en la superficie terrestre o próxima a ella como consecuencia de su exposición a los agentes atmosféricos, con la participación de agentes biológicos y procesos mecánicos. También puede definirse como la descomposición de la roca, en su lugar; sería un proceso estático por el cual la roca se rompe en pequeños fragmentos, se disuelve, se descompone y/o se forman nuevos minerales. (27)

En primer lugar se tiene a la alteración física en la que se produce desintegración o ruptura en la roca, sin afectar a su composición química o mineralógica. En estos procesos la roca se va deshaciendo, es decir, se va disgregando en materiales de menor tamaño. Las rocas no cambian sus características químicas pero sí las físicas. Las causas pueden ser la adaptación a las condiciones ambientales o procesos de trituración mecánica.

El segundo tipo de alteración es una transformación química que provoca la pérdida de coherencia y alteración de la roca. Los factores más importantes son los atmosféricos, el vapor de agua, el oxígeno y el dióxido de carbono los cuales le da a la alteración química la característica de hidrotermal. Este tipo de meteorización puede clasificarse según las reacciones implicadas que pueden ser de oxidación, disolución, carbonatación, hidratación o hidrólisis. (32)

2.4.2 Alteración hidrotermal

La alteración hidrotermal es un término general que incluye la respuesta mineralógica, textural y química de las rocas a un cambio ambiental en la presencia de agua caliente, vapor o gas. Este proceso ocurre a través de la transformación de fases, disolución, precipitación y/o crecimiento de nuevos minerales, así como reacciones de intercambio iónico entre los constituyentes de una roca y el fluido caliente que circuló por la misma. Asimismo este metamorfismo involucra la recristalización de la roca a nuevos minerales más estables bajo las condiciones hidrotermales

La característica esencial de esta transformación es la conversión de un conjunto mineral inicial en una nueva asociación de minerales más estables bajo las condiciones de temperatura, presión y sobre todo de composición de fluidos. La textura y plasticidad original de la roca puede ser modificada ligeramente o completamente por la alteración hidrotermal. (30)

2.4.3 Alteraciones metamórficas que dan origen al caolín

2.4.3.1 Alteración hidrotermal por hidrólisis

La gran mayoría de las rocas que conforman la corteza terrestre están formadas de feldespato y su descomposición por hidrólisis da lugar a la formación de caolín hidrotermal. Los feldespatos son grupos de minerales constituyentes fundamentales de las rocas ígneas aunque pueden encontrarse en cualquier tipo de roca que correspondan a silicatos de aluminio y de calcio, sodio o potasio, o mezclas de esas bases.

La alteración hidrotermal por hidrólisis del feldespato, o caolinización, se produce en ambientes húmedos, cargados vapor y de CO₂. Debido a la acción del vapor caliente que

emana de la corteza terrestre, el mineral sufre diversos cambios produciendo depósitos muy puros de caolín esquistico.

La hidrólisis es la principal alteración hidrotermal y el proceso que más trascendencia tiene en la formación del relieve de las rocas metamórficas. Este proceso químico que consiste en el desdoblamiento de una molécula en presencia del agua, concretamente los iones H^+ , que hacen que el agua se comporte como un ácido débil. La consecuencia es la destrucción de los edificios cristalinos, dando lugar a la progresiva separación y lavado de la sílice, la mica, los feldespatos y cualquier otro elemento que componga la roca. Como consecuencia se forman minerales arcillosos y residuos metálicos arenosos, especialmente caolín. (32)

A continuación se enumeran algunos ejemplos:

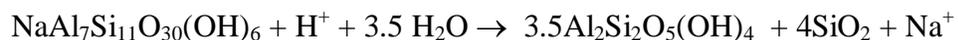
Sericita (mica potásica) → Caolín



Andesina → Caolín + Cuarzo



Montmorillonita → Caolín + Cuarzo



Todas estas reacciones implican un empobrecimiento de H^+ en el fluido hidrotermal, consecuentemente un aumento del pH de la solución. Este fenómeno puede neutralizar fluidos ácidos y la neutralización puede resultar en zonaciones de distintos minerales hidrotermales. Cabe destacar que en la mayoría de las reacciones de hidrólisis producen

como subproducto SiO_2 y esta es la razón porque el cuarzo es omnipresente en rocas alteradas.

Es posible distinguir dos grados de alteración por hidrólisis en función de las características de la meteorización. En el primer grado se forman arcillas montmorilloníticas, caracterizadas por la presencia de complejos silicatos alumínicos y sílice. Son de color ocre o rojo y muy plásticas, por lo que absorben grandes cantidades de agua, lo que hace aumentar su volumen. En el segundo grado se forman arcillas caoliníticas, caracterizadas por la escasez de sílice y la neoformación de arcillas claras, que tienen una menor capacidad de absorción de agua. El caolín es la arcilla y la caolinita el silicato alumínico hidratado. (32)

2.5 Naturaleza del metacaolín

2.5.1 Formación del metacaolín

Entre los 100°C y 200°C , las arcillas minerales pierden la mayoría de humedad del agua adsorbida. Luego entre 500°C - 800°C la caolinita se calcina perdiendo agua a través de deshidroxilación lo cual corresponde teóricamente a un 13.96% de su peso. La deshidroxilación del caolín a metacaolín es un proceso endotérmico debido a la gran cantidad de energía requerida para remover químicamente los enlaces de los iones hidroxilos. Arriba de este rango de temperatura, la caolinita se convierte en metacaolín, con un orden cristalino amorfo de dos dimensiones. (24)

Con el fin de producir la puzolana debe alcanzarse la deshidroxilación por completo sin sobrecalentamiento, en otras palabras, tostado pero no quemado. A continuación se destacan las fases de reacciones y descomposiciones bajo la acción del calor sobre la caolinita. (30)

I. FASE DE DESECACIÓN

Transcurre hasta unos 110°C y supone la pérdida primero de humedad adsorbida, externa y del agua intersticial después, cuya eliminación exige la difusión hasta la superficie, y esta difusión está frenada por los efectos capilares. El objeto se contrae proporcionalmente al agua eliminada. Para evitar deformaciones, pues, interesa amasar, con mínima agua, es decir, arcillas de máxima plasticidad. Por último, se elimina el agua que recubre superficialmente a las partículas; hay contracción, pero no mucha y, desde luego, no es proporcional. (23)

II. FASE DE DESHIDRATACIÓN

Transcurre hasta unos 350°C con la eliminación del agua de hidratación de coloide (interior del retículo cristalino). Se produce poca contracción, pero sí huecos intergranulares que contribuyen a la mayor porosidad fina del material. (23)

III. FASE DE REACCIÓN

1. A aproximadamente 550°C se produce la deshidroxilación de los grupos hidroxilos que contiene la caolinita, formando metacaolinita:



2. A 573 °C se produce la transición de fase de cuarzo α a β . No tiene consecuencias en el ciclo de calentamiento por la relativa gran flexibilidad del entramado de partículas empaquetadas.

3. Se forma sanidina, feldespato alcalino mezcla en el intervalo de 700°C a 1000°C. La temperatura de formación depende de la relación sodio/potasio. Aumenta la porosidad y la contracción de manera significativa.
4. Entre 950 y 1000°C el metacaolín se transforma en una fase con estructura espinela y sílice amorfa libre. La estructura cristalina y composición de la espinela esta todavía en discusión Estudios de microanálisis recientes indican que se trata de un aluminosilicato con estructura de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ conteniendo alrededor de 8 % en peso de SiO_2 . (20)

IV. FASE DE DESCOMPOSICIÓN

1. La sílice amorfa liberada anteriormente, muy reactiva, facilita la formación de fundido eutéctico a 990°C, correspondiente al eutéctico de fusión del feldespato potásico con sílice.
2. Cerca de los 1075 °C la fase espinela se transforma en mullita, denominada mullita primaria. La morfología de esta fase es escamosa y partículas muy pequeñas (< 0.5 μm). Analíticamente esta mullita parece ser rica en alúmina, con composiciones próximas a la 2:1 ($2\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$)
3. Cerca de 1200 °C se forma la mullita en el residuo de las partículas de feldespato, obteniéndose la denominada mullita secundaria. La morfología de esta fase es acicular y las partículas son grandes (>1 μm). Analíticamente esta mullita parece ser rica en sílice, con composiciones próximas a la 3:2 ($3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$)
4. Una tercera forma de mullita surge en los bordes de los granos de alúmina, en porcelanas aluminosas, denominada mullita terciaria, que se forma a

temperaturas superiores a 1300°C. Son partículas pequeñas de 50nm×10nm×10 nm. La contracción es fuerte, aproximadamente un 30% en volumen. La alúmina ya no es extraíble por ácidos. (23)

V. FASE DE FUSIÓN

Se inicia a los 1500°C, dependiendo de las impurezas. Cuando las hay, funden las primeras y forman vidrios que disuelven mullita, espesándose; rellenan los poros finos y disminuye la porosidad de los objetos cocidos a temperaturas suficientemente elevadas para que aparezcan vidrios.

Las impurezas frecuentes de la arcilla (álcalis, cal, magnesia, óxidos de hierro, sal, sílice, feldespatos, mica, etc.) influyen mucho, especialmente en su comportamiento a altas temperaturas: forman vidrios, anticipan la fusión y son causa de grandes deformaciones del objeto. Algunas también modifican el color (óxidos de hierro y de manganeso). (23)

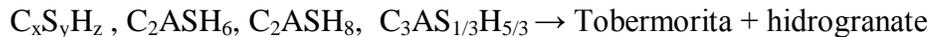
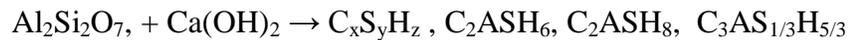
2.5.2 Efecto puzolánico del metacaolín

El metacaolín se ha estado investigando como material puzolánico en las últimas décadas, por científicos de todo el mundo, debido a su composición química, $Al_2Si_2O_7$, y a su estructura cristalina amorfa. El metacaolín es un material cementante suplementario, dado que es un aluminosilicato activado térmicamente, que se produce al calcinar el caolín a temperaturas alrededor de 500°C y 600°C. Con esta temperatura se hace una transformación de su estructura cristalina al romper los enlaces de Van der Waals (OH-) que unen los tetraedros de sílice, SiO_2 , y los octaedros de alúmina, Al_2O_3 , es decir, al perder el agua combinada por la acción térmica se destruye la estructura cristalina del caolín. Otros autores han determinado temperaturas diferentes para la producción del metacaolín ampliando el rango entre 700°C y 900°C, mostrando que no sólo es

importante la temperatura sino el tiempo de estadía, condiciones del horno, tamaño de partícula y pureza del caolín. Una observación importante es que a temperaturas mayores de 950°C decae la actividad puzolánica del metacaolín. (9-154)

El metacaolín reacciona con el hidróxido de calcio libre del proceso de hidratación del cemento para formar C₂S secundario, el cual posteriormente forma el gel de silicato de calcio hidratado o gel de tobermorita, el silicoaluminato bicálcico hidratado (gehlenita) y en algunas ocasiones hidrogranates (hydrogarnet), que contribuyen con el mejoramiento de las propiedades mecánicas de las mezclas.

La reacción:



La variación en los productos de la reacción se le atribuye principalmente a la variación en la relación sílice/alúmina del metacaolín. Las diferentes investigaciones realizadas con metacaolín permiten establecer un panorama sobre el desarrollo de estos estudios, que dan cuenta del interés de los investigadores en este material. Fundamentalmente su aplicabilidad se ha centrado en el aprovechamiento de su composición química y reactividad para usarlo como una puzolana artificial en la producción de morteros y hormigones, ya que se reconoce su importante contribución en las resistencias mecánicas, reducción de la permeabilidad y aumento de la durabilidad. Su actividad puzolánica, especialmente a edades tempranas, comparable o superior al humo de sílice. (9-155)

2.6 Determinación de las propiedades fisicoquímicas del caolín y metacaolín

Los procedimientos para la examinación física se pueden obtener principalmente de la Sociedad Americana para la Examinación de Materiales (ASTM). Esta organización describe los procedimientos específicos de diferentes arcillas equivalentes para el análisis de caolín y metacaolín.

Para la determinación del tipo de impurezas y de caolín, se utilizan técnicas convencionales de espectrometría absorción atómica. Las pruebas físicas y químicas están diseñadas de acuerdo al uso que se le dará a la puzolana. Para la selección de la arcilla se tomó en cuenta las siguientes propiedades físicas: tipo de arcilla, gravedad específica y tamaño de partícula. En relación a las pruebas químicas se tomó en cuenta la cantidad de óxidos de silicio y aluminio presentes. (34)

2.6.1 Método de análisis térmico

El análisis térmico abarca a los grupos de técnicas en las que se mide una propiedad física de una sustancia y/o productos de reacción en función de la temperatura mientras la sustancia se somete a un programa de temperatura controlado.(29)

Estos métodos encuentran una amplia aplicación tanto en el control de calidad como en la investigación de productos industriales tales como polímeros, productos farmacéuticos, arcillas y minerales. Estos métodos incluyen la termogravimetría (TGA), el análisis térmico diferencial (DTA), termodensimetría (TDA) y la calorimetría diferencial de barrido (DSC). (22-761)

Poco a poco, las técnicas de análisis térmico y de calorimetría se están haciendo imprescindibles en amplios sectores industriales. Su uso permite conocer el comportamiento térmico de la materia sea cual sea su composición. La gran diversidad y

la posibilidad de abordar los demás más diversos como puede ser la identificación del propio material hasta determinar sus propiedades térmicas, y desde conocer su estabilidad térmica de un determinado compuesto hasta definir el riesgo de un proceso reactivo. Asimismo, ofrece la posibilidad de trabajar con muestras de unos pocos miligramos y un tiempo de análisis de unas pocas horas, hasta simular el proceso industrial. (29)

Tabla III. Resumen de técnicas de análisis térmicos

Técnica	Variable de respuesta	Aplicaciones típicas
Calorimetría de barrido diferencial (<i>Differential scanning calorimetry</i>) DSC	Calor y temperatura de transición y reacción.	Cinética de reacción, análisis de pureza.
Análisis térmico diferencial (<i>Differential thermal analysis</i>) DTA	Temperaturas de transición y de reacción.	Diagramas de fase, estabilidad térmica.
Análisis termogravimétrico (<i>Thermogravimetric analysis</i>) TGA	Cambio de peso	Estabilidad térmica, análisis de composición.
Análisis termomecánico (<i>Thermomechanical analysis</i>) TMA	Cambios de dimensión y de viscosidad.	Temperaturas de ablandamiento, coeficientes de expansión.
Análisis mecánico – dinámico (<i>Dynamic mechanical analysis</i>) DMA	Módulos, hidratación y comportamiento viscoelástico.	Resistencia al impacto, estabilidad mecánica.
Análisis de producción de gases (<i>Envolved gas analysis</i>) EGA	Cantidad de gases producidos de una reacción con calor inducido.	Análisis de componentes orgánicos volátiles.
Análisis termodensimétrico diferencial (<i>Thermodensimetric analysis</i>) TDA	Cambio de densidad	Estabilidad térmica, análisis de cristalización

Fuente: Willard, Hobart. **Instrumental methods of analysis**. Pág. 761

2.6.2 Análisis termogravimétrico

En un análisis termogravimétrico, se registra en forma continua la masa de una muestra a medida que se aumenta su temperatura en forma lineal desde la temperatura ambiente hasta valores tan altos como 1200°C. Una gráfica de la masa en función de la temperatura (un termograma o curva de descomposición térmica) proporciona información tanto cuantitativa como cualitativa.

El aparato necesario para realizar un análisis termogravimétrico incluye: una balanza analítica sensible, un horno, un mecanismo para controlar y programar la temperatura del horno y un registrador que proporcione un gráfica de la masa de la muestra en función de la temperatura. A menudo, se necesita equipo auxiliar para proporcionar una atmósfera inerte alrededor de la muestra.

El horno de un aparato termogravimétrico está programado por lo general para aumentar la temperatura en forma lineal a una velocidad preestablecida típicamente de (0.5 a 2°C/min). El intervalo de temperatura para la mayoría de los instrumentos va desde la temperatura ambiente hasta 1200°C. Las temperaturas se establecen por medio de una termocupla localizada tan cerca de la muestra como sea posible. El aislamiento y enfriamiento del exterior del horno es necesario para evitar la transferencia de calor a la balanza.

Una explicación simple de la evaluación de una muestra por medio del TGA se describe a continuación: se coloca una muestra en un recipiente tarado, el cual está conectado por medio de un dispositivo, a una microbalanza; el contenedor de la muestra se coloca en un horno capaz de alcanzar temperaturas altas. El dispositivo mide el peso inicial de la muestra a temperatura ambiente y luego continúa monitoreando cambios en el peso de la muestra (ya sean pérdidas o ganancias), mientras e le aplica calor. Las

pruebas de TGA se pueden correr en un rango determinado de temperaturas o isotérmicamente. (36)

El perfil típico de pérdida de temperatura es analizado tanto para la cantidad como para el porcentaje de pérdida de peso a cualquier temperatura dada. Asimismo se puede determinar el porcentaje de material residual que no reaccionó a una temperatura final y las temperaturas de degradación de una muestra.

Los instrumentos comerciales constan de:

- a) Una balanza analítica sensible: debe ser capaz de proporcionar información cuantitativa sobre muestras cuyas masas van de 1 gramo hasta 100 gramos.
- b) Un horno: el intervalo de temperaturas de la mayoría de los hornos que se utilizan en la termogravimetría va desde temperatura ambiente hasta 1500°C. A menudo se puede variar la velocidad de calentamiento o enfriamiento.
- c) Un sistema de purga para proporcionar un sistema inerte: normalmente se utiliza nitrógeno y argón par purgar el horno y prevenir la oxidación de la muestra. En algunos análisis es deseable cambiar los gases de purga a lo largo del análisis.
- d) Un microprocesador/microordenador para el control del instrumento y la adquisición y visualización de los datos.

2.6.3 Control del instrumento y manipulación de resultados

Las temperaturas registradas dan la temperatura real de la muestra. Las termobalanzas modernas utilizan normalmente un ordenador para el control de la

temperatura. El microprocesador utiliza la diferencia entre la temperatura del termopar y la temperatura especificada en la memoria ROM para ajustar el potencial del calentador.

Los métodos termogravimétricos están limitados por las reacciones de descomposición y oxidación, y por procesos tales como la vaporización, sublimación y descomposición. (36)

2.6.4 Aplicaciones de los métodos termogravimétricos

Los métodos térmicos diferenciales encuentran gran utilización para establecer la composición de productos naturales y manufacturados. El número de aplicaciones es considerable; a continuación se ilustran algunas de ellas:

- a) Sustancias inorgánicas: Las medidas térmicas diferenciales han sido muy utilizadas para los estudios relacionados con el comportamiento térmico de compuestos inorgánicos tales como silicatos, ferritas, arcillas, óxidos, cerámicas y vidrios. Se obtiene información acerca de procesos tales como fusión, desolvatación, deshidratación, oxidación, reducción, adsorción, degradación y reacciones en estado sólido. Una de las más importantes aplicaciones, es la generación del diagrama de fases y el estudio de las transiciones de fase.
- b) Compuestos orgánicos: El método térmico diferencial proporciona una alternativa simple y precisa para establecer el punto de fusión, ebullición y descomposición de los compuestos orgánicos. Por lo general, los datos resultan más consistentes y reproducibles que los obtenidos con un bloque caliente, un baño de aceite o un tubo capilar.

- c) Polímeros: Los métodos térmicos diferenciales han sido muy utilizados para el estudio de caracterización de polímeros. Evidentemente, estos métodos pueden utilizarse para el análisis cualitativo en las mezclas de polímeros.

2.7 Teoría del color

2.7.1 Generalidades

El ojo es un sistema fotosensible, con un fotorreceptor: la retina. En ella hay dos tipos de células, los conos y los bastones. Los conos son los responsables de la visión del color. Hay tres tipos de conos, cada uno de ellos sensible a un tipo de luz distinta: a la luz roja, a la verde y a la azul. No importa cual sea la composición espectral de la radiación que llega a la retina, su respuesta será evaluada según tres parámetros (división tricromática).

Las diferentes longitudes de onda del espectro visible, comprendidas aproximadamente entre los 400 y los 700 nm, son percibidas por el ojo humano como colores. Todos los colores son combinación variable de luz roja (r), verde (g) y azul (b).

Un color puede ser representado por dos caminos básicos, dependiendo del medio en que se reproduce. (32)

I. SISTEMAS ADITIVOS

Se crean añadiendo colores al negro para crear nuevos colores. Cuantos más colores sean mezclados se obtendrá un color más parecido al blanco. La presencia de todos los colores primarios es suficiente para crear un blanco puro, mientras que la ausencia de los colores primarios crea un negro puro.

- a) Colores primarios de luz o colores primarios aditivos: rojo, verde y azul. La suma de los tres colores primarios da lugar al blanco (la luz blanca está compuesta por luz roja, verde y azul a partes iguales).
- b) Colores secundarios de luz: Cualquier combinación de dos colores primarios. Rojo más azul da el magenta; verde más azul da el cian; rojo más verde da el amarillo. (32)

II. SISTEMAS SUSTRATIVOS

En éstos, los colores primarios son sustraídos del blanco para formar nuevos colores. Cuantos más colores se mezclen se obtendrá algo más parecido al negro. Teóricamente, la presencia de todos los colores primarios sustractivos da el negro y, su total ausencia, blanco.

- a) Colores primarios de pigmento o sustractivos. Se define un color primario de pigmento a aquel que absorbe un color primario de luz y refleja los otros dos, por tanto, son el cian, el magenta y el amarillo (cuando la luz incide sobre un color primario de pigmento lo que se observa es la combinación de dos colores primarios de luz)
- b) Colores secundarios de pigmento: rojo, verde y azul. (32)

2.7.2 Características para definir un color

- a) Matiz o tono: Cuando se dice que algo es de un color, se refiere a su matiz. Este viene determinado por la longitud de onda dominante.

- b) Saturación: Se refiere a una pureza relativa de un color dominante, es decir a la cantidad de blanco que se mezclaría con el tono. Por lo tanto, aunque el tono es el mismo se distingue como colores diferentes.
- c) Luminosidad o brillo: El brillo incorpora una noción cromática. Es una medida subjetiva y es un factor clave para describir la sensación de color.

Al matiz y a la saturación se les llama cromaticidad, así se puede definir a un color por ésta y su brillo. (32)

2.7.3 Fuentes luminosas

Una de las muchas clasificaciones que se podrían hacer de fuentes luminosas sería:

- a) Primarias: Las que emiten su propia luz.
- b) Secundarias: Las que reflejan o difuminan la luz emitida por otra fuente.

Si se trabaja con fuentes luminosas primarias se usarán sistemas aditivos, mientras que, si se trabaja con fuentes secundarias, se usarán sistemas sustractivos. (32)

2.7.4 Características de una fuente de luz

Para una fuente acromática (sin color):

- a) Intensidad: Cantidad de luz.

Para una fuente cromática (con color):

- a) Radiancia: Cantidad total de energía que sale de una fuente luminosa (Wattios).
- b) Luminancia: Cantidad de energía que un observador percibe desde una fuente luminosa (Lúmenes).
- c) Brillo: Sensación acromática de la intensidad de la luz.

2.7.5 Medición por modelos de color

La idea de la medición de modelos del color surge para facilitar la especificación de objetos en colores de una forma estándar. Se busca un sistema de coordenadas tridimensional en el cual se defina un subespacio donde cada color quede definido por un punto único. (32)

2.7.6 Modelo CIE XYZ (1931)

La necesidad de que al especificar un color se pudiera medir su luminosidad sin llevar a cabo cálculos extra y el hecho de que r (rojo), g (verde) y b (azul) muestren valores negativos llevó a la CIE (Comisión Internacional de la Iluminación por sus siglas en francés) a realizar una nueva recomendación donde se usan colores primarios genéricos supersaturados (irreales), lo cual evitará tener valores tristímulo negativos.

Ahora se tienen tres nuevos colores primarios: X , Y y Z . La conversión de RGB a XYZ se hace mediante una matriz $[A]$. Esta matriz de transformación dependerá del observador considerado: observador patrón CIE-1931, observador patrón suplementario CIE-1964, etc. Estos se diferencian entre sí en los ángulos de observación para el campo visual que se consideran.

La combinación de X , Y y Z permite representar todos los colores posibles donde X , Y y Z son las luminancias de las nuevas fuentes consideradas como primarias:

$$C = X+Y+Z$$

Y : Lleva toda la información de la luminancia del color.

X , Z : Codifican la información del color.

Se puede llevar a cabo la siguiente normalización:

$$x = \frac{X}{(X + Y + Z)}$$

$$y = \frac{Y}{(X + Y + Z)}$$

$$z = \frac{Z}{(X + Y + Z)}$$

La expresión de la luminancia de un color será:

$$x+y+z=1.$$

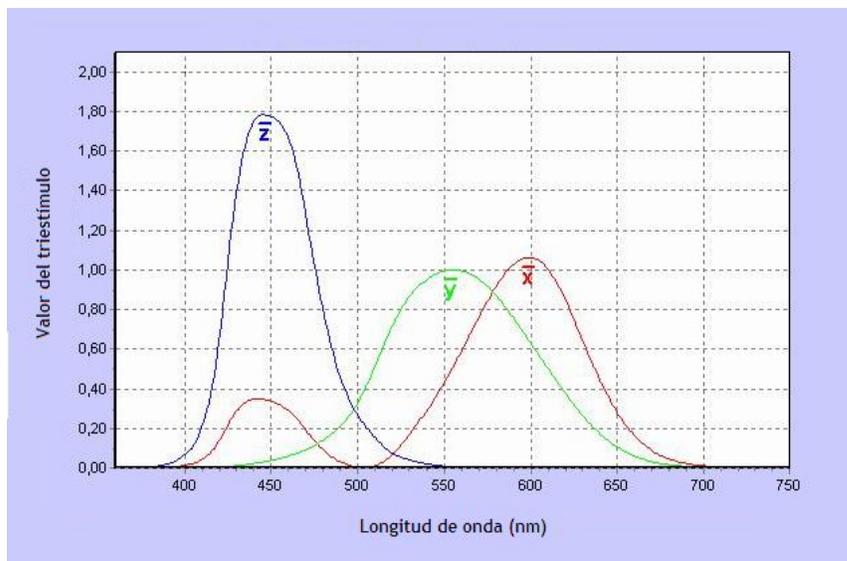
Donde x , y , z son las coordenadas cromáticas. Normalmente, para describir un color se describirá en un coordenada (x, y) e Y , donde (x, y) es la cromaticidad. Por lo tanto:

$$Z = 1 - x - y$$

$$X = x\left(\frac{Y}{y}\right)$$

$$Z = z\left(\frac{Y}{y}\right)$$

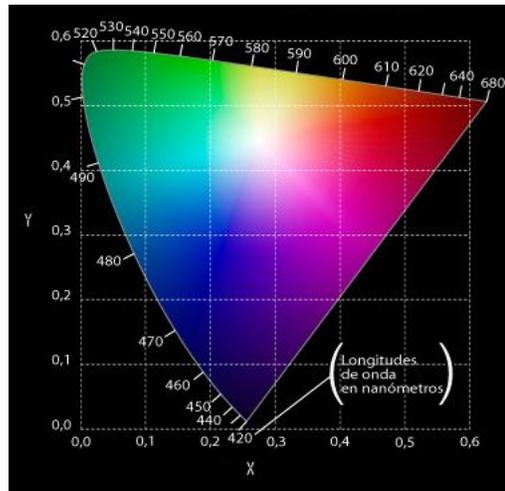
Figura 8. Gráfica de funciones de color en el modelo CIE XYZ (1931)



Fuente: David Méndez Estébanez y otros. **Coordenadas del color**. Pág. 1.

En un diagrama cromático (x, y) para el observador patrón CIE-1931 queda estipulada la cromaticidad de un estímulo bajo un iluminante definido (Y) . El diagrama de cromatismo (o diagrama cromático) es el resultado de una ecuación matemática y muestra los colores puros en la periferia, es decir, la radiación monocromática correspondiente a los colores del espectro (los colores del arco iris), indicada por su longitud de onda. (32). La cromaticidad se puede representar en un plano como el siguiente:

Figura 9. Diagrama de cromaticidad en el modelo CIE XYZ (1931)



Fuente: David Méndez Estébanez y otros. **Coordenadas del color**. Pág. 1.

2.7.7 Modelo CIE- $L^*a^*b^*$ (1976)

Como se menciona en el inciso anterior el sistema colorimétrico XYZ permite representar colores según su cromatismo (ejes x e y) y su luminancia (eje Y). La gama de un dispositivo de visualización por lo general se representa al trazar en el diagrama cromático un polígono que contenga todos los colores que el dispositivo sea capaz de producir.

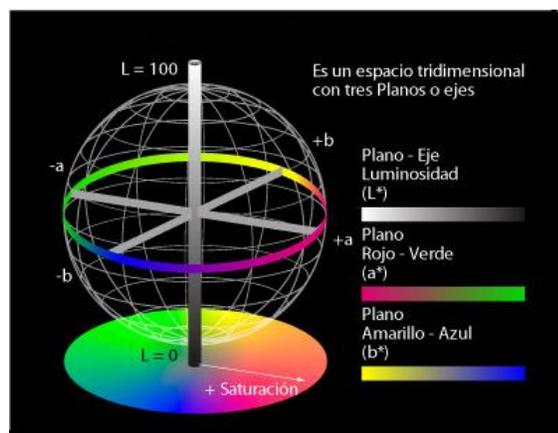
Sin embargo, este tipo de representación es puramente matemática y no tiene en cuenta factores fisiológicos, es decir, la percepción que tiene el ojo humano del color, que da como resultado un diagrama de cromatismo que deja demasiado espacio para la gama de los verdes. Es decir, el sistema XYZ y los diagramas de cromaticidad asociados no son perceptualmente uniformes. Este problema dificulta el cálculo de las diferencias entre dos estímulos de color.

La necesidad de un espacio de color uniforme condujo a la transformación de una serie de transformaciones no lineales del espacio CIE XYZ 1931 que concluyeron en la especificación concreta de una de estas transformaciones en lo que se conoce como espacio de color CIE 1976 ($L^*a^*b^*$).

En 1960, la CIE desarrolló el modelo Lu^*v^* . Finalmente, en 1976, para superar los problemas del modelo xyY , la CIE desarrolló el modelo colorimétrico $L^*a^*b^*$ (también llamado CIE- $L^*a^*b^*$). El espacio CIE- $L^*a^*b^*$ permite especificar estímulos de color en un espacio tridimensional.

El eje L^* es el de luminosidad y va de 0 (negro) a 100 (blanco). Los otros dos ejes de coordenadas son a^* y b^* , y representan variación entre rojizo-verdoso, y amarillento-azulado, respectivamente con valores que van del -120 al +120. Aquellos casos en los que $a^*=b^*=0$ son acromáticos; por eso el eje L^* representa la escala acromática de grises que va de blanco a negro. (32)

Figura 10. Diagrama del espacio del color CIE- $L^*a^*b^*$ (1976)



Fuente: David Méndez Estébanez y otros. Coordenadas del color. Pág. 1.

Las proporciones de L^* , a^* y b^* se obtienen de los valores triestímulos de acuerdo con las siguientes transformaciones:

$$L^* = 116 \left(\frac{Y}{Y_n} \right)^{1/3} - 16$$

$$a^* = 500 \left[\left(\frac{X}{X_n} \right)^{1/3} - \left(\frac{Y}{Y_n} \right)^{1/3} \right]$$

$$b^* = 200 \left[\left(\frac{Y}{Y_n} \right)^{1/3} - \left(\frac{Z}{Z_n} \right)^{1/3} \right]$$

Donde X_n , Y_n , y Z_n son los respectivos valores de X , Y y Z con el iluminante que se haya usado para obtener los valores X , Y y Z de la muestra; y los cocientes de X/ X_n , Y/ Y_n y Z/ Z_n son todos superiores a 0.008856 (cuando alguno de ellos es menor a esa cifra, se usa un conjunto de ecuaciones levemente distinto).

Por lo tanto, el modelo $L^*a^*b^*$ abarca todo el espectro de visión del ojo humano y lo representa de manera uniforme. Esto hace posible medir todos los colores visibles independientemente de cualquier tecnología gráfica.

Incluye todos los colores *RGB* (rojo, verde, azul) y *CMKY* (cian, magenta, amarillo, negro) y por ello que este modelo es muy utilizado en la industria para la medición de color. Los modelos CIE no son intuitivos, sin embargo, su utilización garantiza que sea posible medir un color creado por estos modelos de la misma manera. (32)

3. DISEÑO METODOLÓGICO

3.1 Metodología de investigación

3.1.1 Revisión de antecedentes

El estudio se basó en trabajos de graduación anteriores (sección 1.2) referentes al proceso de calcinación y a la metodología utilizada para el análisis termogravimétrico para comparar el efecto del tipo de meteorización en dos caolines provenientes de alteración hidrotermal y de la trituración de tobas respectivamente.

3.1.2 Localización del experimento

La parte experimental de la investigación se llevó a cabo en las siguientes instalaciones:

- Laboratorio de Química Industrial, Centro de Investigaciones de Ingeniería, Facultad de Ingeniería/USAC
- Laboratorio del Área de Fisicoquímica, Escuela de Ingeniería Química, Facultad de Ingeniería/USAC
- Laboratorio de Bromatología, Facultad de Veterinaria y Zootecnia/USAC
- Laboratorio de Fisicoquímica, Escuela de Química, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia/USAC
- Laboratorio de Control de Calidad, Siegwerk Guatemala, S. A. (Zona 8, Mixco, Guatemala, C. A.)

3.2 Metodología experimental

3.2.1 Listado de materiales, equipo y reactivos

3.2.1.1 Materiales

- 1 libra de caolín de toba triturada de procedencia variada del territorio nacional, mineral procesado en Promi, S. A., municipio de “Santa Catarina Pinula”, departamento “Guatemala”, Guatemala C.A.
- 1 libra de caolín de alteración hidrotermal, fuente: aldea “El Hato”, municipio “San Antonio La Paz”, departamento “El Progreso”, Guatemala C.A. Coordenadas en NAD 27: E 790 835 y N 1631 409.
- Querosina libre de agua

3.2.1.2 Equipo

- Cápsulas de porcelana
- Espátula
- Tenazas
- Bolsa de polietileno hermética
- Cronómetro
- Rejilla metálica especial

Tabla IV. Equipo especial utilizado para reducción de partícula

Nombre del equipo	Descripción	Marca	Modelo	Dimensiones
Molino de Discos	Fabricado de acero inoxidable 220 V	Bico	VP 1989	2 Discos de 13.5 cm de diámetro
Trituradora de cuchillas	Fabricada de acero inoxidable 110 V – Potencia 1.5HP	Thomas Wiley Laboratory Mill	No. 4	6 cuchillas fijas y 4 móviles, de 3 in de longitud

Figura 11. Fotografía de trituradora de cuchillas utilizada



Tabla V. Equipo especial utilizado para separación de partícula

Nombre del equipo	Descripción	Marca	Modelo	Dimensiones
Vibrador para serie de tamices	0 –15 rpm 110 V	Humboldt MFG. Co.	Ro-TAP	Alto 47cm × 20.5cm de radio
Serie de tamices	<i>Specification</i> Mesh # 60, 70, 80, 100, 120, 140, 170 , 200 y 325	Wilson USA ASTM E -11	-	Radio de 15 cm.

Figura 12. Fotografía de vibrador y serie de tamices utilizados para separación de partícula



Tabla VI. Equipo especial utilizado para modificar la temperatura ambiente

Nombre del equipo	Descripción	Marca	Modelo	Dimensiones
Horno Desecador	Temperatura máxima 204°C 240 V	Despatch	LBB2-27-1	Interior de 88.5cm × 94.0cm × 93.0cm
Mufla	Temperatura máxima: 1000°C 110 V	Barnstead Thermolyne	1400 Furnace	Interior de 15.5cm × 11.5cm × 15.5cm.
Incubadora Desecadora	- Temperatura máxima 90°C 110 V	Isotemp	500 Series	Interior de 33cm×33cm × 33cm.

Figura 13. Fotografía de horno desecador utilizado



Figura 14. Fotografía de mufla de calcinación utilizada



Figura 15. Fotografía de incubadora desecadora



Tabla VII. Equipo especial para la medición de pérdida de peso y color

Nombre del equipo	Descripción	Marca	Modelo	Dimensiones
Balanza analítica	Resolución de 0.001 gramos. Rango 0–750 gramos 110 V	Radwag	WPS 750/C/1	Plataforma cuadrada de 13.5 cm
Prensa y Empastilladora	Hidráulica Presión máxima: 25atm	Fred. S. Carver	One Chatam Road	Pastilla de 13.13mm de diámetro
Colorímetro	Software: Color Quality Basic V.5.0	Gregtag Macbeth	Spectro Eye	-

Figura 16. Fotografía de balanza analítica utilizada

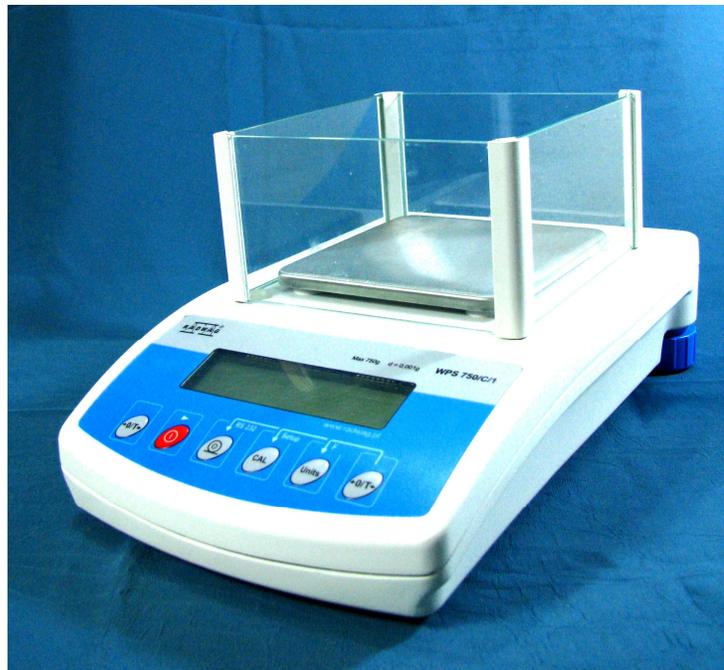


Figura 17. Fotografía de prensa hidráulica utilizada



Figura 18. Fotografía de empastilladora utilizada



Figura 19. Fotografía de colorímetro utilizado



3.2.1.1 Cristalería

- Embudo de vidrio
- Desecadora especial
- Bureta 25 mL marca Pyrex
- Matraz de Le Chatelier especial

3.2.1.2 Reactivos

- Gel de sílice
- Extran® MA 0 Neutro

3.2.2 Factores evaluados

1. Efecto de la evolución de la reacción de deshidroxilación en función de la temperatura de calentamiento, la variación de los caolines y un tiempo de calcinación fijo.
2. Efecto de la temperatura de calentamiento y la fuente de los caolines en la variación de la pérdida de peso ($\%pp$) de los caolines durante la reacción de deshidroxilación.
3. Efecto de la temperatura de calentamiento y la fuente de los caolines en la variación de la densidad específica (ρ) de los caolines durante la reacción de deshidroxilación.
4. Efecto de la temperatura de calentamiento y la fuente de los caolines en la variación de las coordenadas $L^*a^*b^*$ del color de los caolines durante la reacción de deshidroxilación.
5. Efecto de la temperatura de calentamiento y la fuente de los caolines en el cambio de pérdida de peso ($\Delta\%pp$) de los caolines respecto del cambio en la temperatura durante la reacción de deshidroxilación.
6. Efecto de la temperatura de calentamiento y la fuente de los caolines en el cambio de densidad específica ($\Delta\rho$) de los caolines respecto del cambio en la temperatura durante la reacción de deshidroxilación.

3.2.3 Variables de respuesta

1. Evolución de la variación en la pérdida del peso de las muestras de caolín en función de la temperatura de la reacción de deshidroxilación.
2. Evolución de la variación de la densidad específica de las muestras de caolín en función de la temperatura de la reacción de deshidroxilación.

3. Evolución de de las coordenadas del color $L^*a^*b^*$ de las muestras de caolín en función de la temperatura de la reacción de deshidroxilación.
4. Velocidad de la variación en la pérdida del peso de las muestras de caolín respecto de la temperatura de la reacción de deshidroxilación.
5. Velocidad de la variación en la densidad específica de las muestras de caolín respecto de la temperatura de la reacción de deshidroxilación.
6. Identificación de las zonas de estabilidad de la pérdida de peso y densidad específica de las muestras de caolín durante la reacción de deshidroxilación.
7. Relaciones entre la variación de la pérdida de peso y densidad en función de las coordenadas del color $L^*b^*a^*$ de las muestras de caolín a causa de la temperatura de de la reacción de deshidroxilación.

3.2.4 Tratamientos

Se utilizaron dos tipos de caolines con diferente tipo de meteorización: uno proveniente de alteración hidrotermal (caolín hidrotermal) y el otro, de la trituración de tobas con la misma composición química que el primer tipo de muestra (caolín de toba).

Tabla VIII. Contenido mineral de los caolines evaluados

Muestra	Pureza	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	CaO
Caolín de toba triturada	79.34%	21.77%	20.39%	0.13%	0.31%	0.03%	0.03%	0.36%
Caolín hidrotermal	69.70%	56.3%	19.23%	0.12%	0.89%	1.94%	0.23%	0.68%

Las muestras fueron evaluadas durante la reacción de deshidroxilación a doce temperaturas distintas: 25°C (ambiente), 110, 190, 280, 350, 450, 550, 573, 673, 773, 873, y 900°C.

De este modo se tiene:

No. Tratamientos = 2 tipos de caolín × 12 temperaturas de evaluación = 24

No. Repeticiones en cada tratamiento = 3

No. Total de tratamientos = 72

3.2.5 Preparación del experimento

3.2.5.1 Diseño y construcción de equipo especial

Tabla IX. Diseño y construcción de equipo especial

Nombre del equipo	Justificación	Material	Especificaciones
Parrilla metálica	Aprovechamiento de espacio en la cámara del horno de calcinación para colocar el doble de muestras en su interior.	Acero inoxidable calibre 304	Dimensiones: 15.5cm × 11.5cm Diámetro de varilla: ¼ in.
Matraz de Le Chatelier especial	Mejorar indirectamente la precisión en la densidad específica con una mayor precisión en la medida del volumen de la muestra.	Vidrio de clase de exactitud A	Unión de boca superior de una bureta (precisión ±0.05 ml) y rango de 5ml con la parte inferior de balón de 25ml (precisión ±0.003 ml)
Desecadora especial	Alternativa de bajo costo para proveer protección de la humedad del ambiente a las muestras recién calcinadas previas a cualquier medición	Contenedor doméstico de vidrio pyrex Rejilla de acero inoxidable Desecante Silica Gel Silicona	Dentro del contenedor se coloca el desecante, luego encima la rejilla de acero inoxidable para luego darle sello hermético con Silicona.

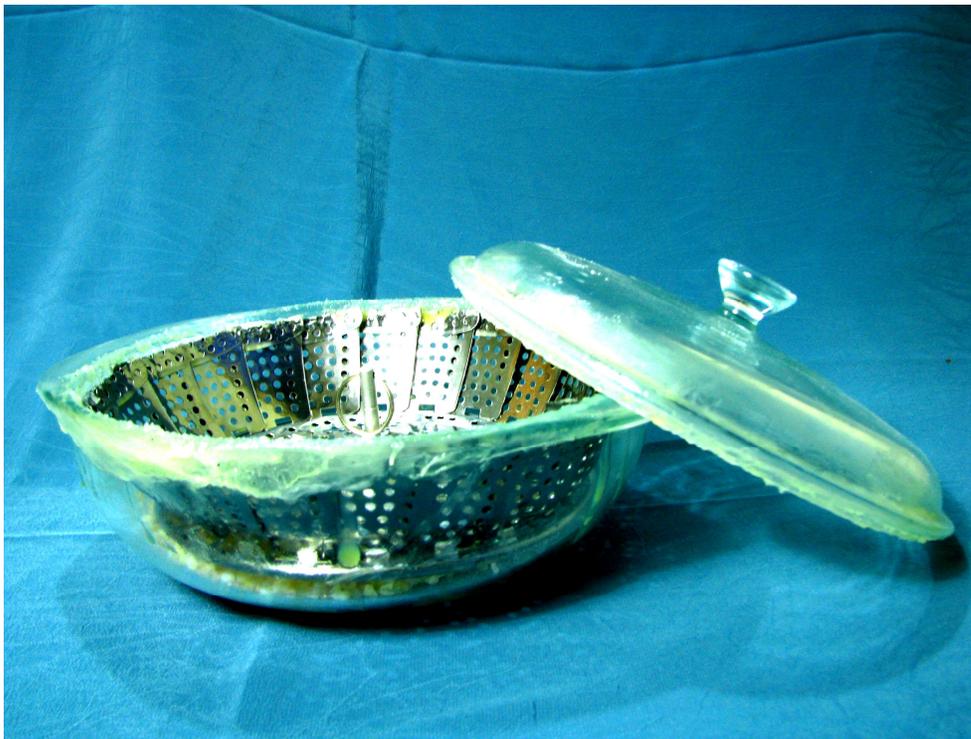
Figura 20. Fotografía de parrilla metálica utilizada



Figura 21. Fotografía de matraz de LeChatelier especial utilizado



Figura 22. Fotografía de desecadora especial utilizado



3.2.5.2 Calibración del horno de calcinación (mufla)

Se calibró el funcionamiento de la mufla con el fin de determinar la variación de temperatura del horno en función del tiempo de calentamiento.

3.2.5.3 Preparación del material

Se tomaron las muestras de caolín, se trituraron con un molino de cuchillas y otro de discos para luego separarlo según el tamaño de grano por medio de un juego de tamices. Seguidamente se seleccionó el material pasado a través del tamiz con mesh 325. Su posterior almacenamiento se realizó en bolsas de polietileno herméticas, para evitar la absorción de humedad en las muestras.

3.2.6 Manejo de las muestras

Se colocaron 11 cápsulas de porcelana con 5.0 gramos de muestra cada una ($Y_{i,j,k}$), a una temperatura ambiente; posteriormente se colocaron las muestras dentro de la mufla y se elevó la temperatura a 110°C. Una vez que se llegó y se estabilizó a esa temperatura se dejó durante una hora. Finalizado este período, se extrajo la primera muestra. Las muestras siguientes se extrajeron luego que cada una de ellas alcanzará las temperaturas seleccionadas y se mantuvo durante una hora, de manera que el procedimiento de muestreo se repitió hasta alcanzar los 900°C.

3.2.6.1 Unidad experimental

La unidad experimental la constituyó una muestra de 5.0 gramos de caolín con un 90% de tamaño de partícula menor a 325+ mesh, contenida en una cápsula de porcelana.

Se utilizó el diseño experimental completamente al azar bifactorial compuesto de 22 tratamientos con 3 repeticiones cada uno.

Figura 23. Fotografía de unidad experimental utilizada



Tabla X. Tratamientos a evaluados para la realización del termograma de la reacción de deshidroxilación de del caolín hidrotermal y proveniente de toba triturada

Tipo de Caolín	Codificación ($Y_{i,j}$)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Repeticiones ($Y_{i,j,k}$)		
Hidrotermal	$Y_{1,1}$	25	$Y_{1,1,1}$	$Y_{1,1,2}$	$Y_{1,1,3}$
	$Y_{1,2}$	110	$Y_{1,2,1}$	$Y_{1,2,2}$	$Y_{1,2,3}$
	$Y_{1,3}$	190	$Y_{1,3,1}$	$Y_{1,3,2}$	$Y_{1,3,3}$
	$Y_{1,4}$	280	$Y_{1,4,1}$	$Y_{1,4,2}$	$Y_{1,4,3}$
	$Y_{1,5}$	350	$Y_{1,5,1}$	$Y_{1,5,2}$	$Y_{1,5,3}$
	$Y_{1,6}$	450	$Y_{1,6,1}$	$Y_{1,6,2}$	$Y_{1,6,3}$
	$Y_{1,7}$	550	$Y_{1,7,1}$	$Y_{1,7,2}$	$Y_{1,7,3}$
	$Y_{1,8}$	573	$Y_{1,8,1}$	$Y_{1,8,2}$	$Y_{1,8,3}$
	$Y_{1,9}$	673	$Y_{1,9,1}$	$Y_{1,9,2}$	$Y_{1,9,3}$
	$Y_{1,10}$	773	$Y_{1,10,1}$	$Y_{1,10,2}$	$Y_{1,10,3}$
	$Y_{1,11}$	873	$Y_{1,11,1}$	$Y_{1,11,2}$	$Y_{1,11,3}$
	$Y_{1,12}$	900	$Y_{1,12,1}$	$Y_{1,12,2}$	$Y_{1,12,3}$
Toba triturada	$Y_{2,1}$	25	$Y_{2,1,1}$	$Y_{2,1,2}$	$Y_{2,1,3}$
	$Y_{2,2}$	110	$Y_{2,2,1}$	$Y_{2,2,2}$	$Y_{2,2,3}$
	$Y_{2,3}$	190	$Y_{2,3,1}$	$Y_{2,3,2}$	$Y_{2,3,3}$
	$Y_{2,4}$	280	$Y_{2,4,1}$	$Y_{2,4,2}$	$Y_{2,4,3}$
	$Y_{2,5}$	350	$Y_{2,5,1}$	$Y_{2,5,2}$	$Y_{2,5,3}$
	$Y_{2,6}$	450	$Y_{2,6,1}$	$Y_{2,6,2}$	$Y_{2,6,3}$
	$Y_{2,7}$	550	$Y_{2,7,1}$	$Y_{2,7,2}$	$Y_{2,7,3}$
	$Y_{2,8}$	573	$Y_{2,8,1}$	$Y_{2,8,2}$	$Y_{2,8,3}$
	$Y_{2,9}$	673	$Y_{2,9,1}$	$Y_{2,9,2}$	$Y_{2,9,3}$
	$Y_{2,10}$	773	$Y_{2,10,1}$	$Y_{2,10,2}$	$Y_{2,10,3}$
	$Y_{2,11}$	873	$Y_{2,11,1}$	$Y_{2,11,2}$	$Y_{2,11,3}$
	$Y_{2,12}$	900	$Y_{2,12,1}$	$Y_{2,12,2}$	$Y_{2,12,3}$

3.2.7 Manejo del experimento

3.2.7.1 Determinación de peso residual

Una vez colectadas las muestras, se colocaron en una desecadora, dejando que éstas alcancen una temperatura ambiente, finalmente se realizó la medición de peso (W_r) residual de cada una de ellas. Después se almacenó cada una de las muestras dentro de una bolsa de polietileno hermética, con el fin de conservarla sin absorción de humedad, para realizar la medición de densidad y color.

3.2.7.2 Determinación de densidad

La medición de la densidad de cada una de las muestras obtenidas durante el experimento ($Y_{i,j,k}$), se realizó por medio de una variación al Método Estándar para la Determinación de la Densidad de Cemento Hidráulico, según la norma ASTM C 188-95, en el cual se utilizó un matraz de Le Chatelier especial y querosina libre de agua. Se empleó una cantidad de 1.0 gramo como muestra para la determinación de la densidad. (2-301).

3.2.7.3 Determinación de coordenadas $L^*a^*b^*$ del color

Las medición de las coordenadas $L^*a^*b^*$ del color de cada una de las muestras obtenidas durante el experimento ($Y_{i,j,k}$), se realizó de acuerdo una variación en la Norma UNE 80117, "Métodos de ensayo de cementos. Ensayos físicos. Determinación del color en los cementos blancos", en el cual se utilizó una prensa hidráulica para empastillar la muestra para luego medir los parámetros $L^*a^*b^*$ en un colorímetro en el modelo CIE- $L^*a^*b^*$. Se empleó una cantidad de 0.75 gramos como muestra para la determinación de los parámetros de color. (13)

3.2.8 Tratamiento de variables de respuesta

3.2.8.1 Determinación de la evolución de las variables de respuesta mediante el proceso de deshidroxilación

La evolución de las variables de respuesta mediante el proceso de deshidroxilación de cada una de las muestras ($Y_{i,j,k}$) se determinó por medio de una gráfica entre la dicha variable (pérdida de peso, densidad o coordenadas $L^*a^*b^*$ del color) respecto a las temperaturas de deshidroxilación en cada uno de los caolines evaluados, a fin de graficar los resultados posteriormente.

3.2.8.2 Determinación de la velocidad de las variables de respuesta mediante el proceso de deshidroxilación

La velocidad de las variables de respuesta de peso mediante el proceso de deshidroxilación de cada una de las muestras ($Y_{i,j,k}$) se determinó por medio de un diferencial entre el valor inicial y posterior de la variable de respuesta (pérdida de peso o densidad) respecto a las temperaturas de deshidroxilación en cada uno de los caolines evaluados, a fin de graficar los resultados posteriormente.

3.2.8.3 Determinación de etapas del proceso de deshidroxilación

Las etapas gráficas del proceso de deshidroxilación se determinaron por la observación de regiones horizontales bien definidas que corresponden a diferentes intervalos de temperatura en los cuales las propiedades evaluadas en el caolín se mantienen estables tales como la pérdida de peso, densidad y coordenadas $L^*a^*b^*$ del color. Asimismo el inicio y final de dichas etapas serán identificadas por la observación de valores máximos en las gráficas de velocidad de las variables de respuesta.

3.2.8.4 Determinación de relación entre las variables de respuesta y las coordenadas $L^*a^*b^*$ del proceso de deshidroxilación

La relación entre las variables de respuesta y las coordenadas $L^*a^*b^*$ del proceso de deshidroxilación de cada una de las muestras ($Y_{i,j,k}$) se determinó por medio de una regresión lineal múltiple entre la variable de respuesta (pérdida de peso o densidad) y las coordenadas mencionadas.

Dado el modelo de regresión múltiple a evaluar con las siguientes variables:

$\mu_{Y|x_1, x_2, x_3}$ = Variable de respuesta a relacionar (Pérdida de peso o densidad)

β_{nmp} = coeficiente del modelo de regresión múltiple

x_1 = Coordenada L^* del color obtenida por la reacción de deshidroxilación

x_2 = Coordenada a^* del color obtenida por la reacción de deshidroxilación

x_3 = Coordenada b^* del color obtenida por la reacción de deshidroxilación

Se obtiene como máximo resultado un modelo polinomial de tercer grado con 3 variables independientes con efectos entre sí:

$$\begin{aligned}\mu_{Y|x_1, x_2, x_3} = & \beta_{000} + \beta_{100}x_1 + \beta_{010}x_2 + \beta_{001}x_3 + \beta_{110}x_1x_2 + \beta_{101}x_1x_3 + \beta_{011}x_2x_3 \\ & + \beta_{200}x_1^2 + \beta_{020}x_2^2 + \beta_{002}x_3^2 + \beta_{210}x_1^2x_2 + \beta_{201}x_1^2x_3 + \beta_{120}x_1x_2^2 \\ & + \beta_{021}x_2^2x_3 + \beta_{102}x_1x_2^2 + \beta_{012}x_2x_3^2 + \beta_{300}x_1^3 + \beta_{030}x_2^3 + \beta_{003}x_3^3 + \beta_{111}x_1x_2x_3\end{aligned}$$

Simplificando el modelo polinomial se obtiene un modelo lineal traduciendo cada efecto $\beta_{nmp} x_1^n x_2^m x_3^p$:

$$\begin{aligned} \mu_{Y|x_1, x_2, x_3} &= \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_4 X_4 + \beta_5 X_5 + \beta_6 X_6 \\ &+ \beta_7 X_7 + \beta_8 X_8 + \beta_9 X_9 + \beta_{10} X_{10} + \beta_{11} X_{11} + \beta_{12} X_{12} \\ &+ \beta_{13} X_{13} + \beta_{14} X_{14} + \beta_{15} X_{15} + \beta_{16} X_{16} + \beta_{17} X_{17} + \beta_{18} X_{18} + \beta_{19} X_{19} \end{aligned}$$

Los coeficientes β_{nmp} o β_k son determinados por la resolución del siguiente sistema de ecuaciones definido por la siguiente matriz:

$$X'X\beta = X'y$$

Donde:

$$y = \begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \vdots \\ y_i \\ \vdots \\ y_n \end{bmatrix}, \quad X = \begin{bmatrix} 1 & X_{1,1} & X_{2,1} & \cdots & X_{k,1} & \cdots & X_{19,1} \\ 1 & X_{1,2} & X_{2,2} & \cdots & X_{k,2} & \cdots & X_{19,2} \\ \vdots & \vdots & \vdots & & & & \vdots \\ 1 & X_{1,i} & X_{2,i} & \cdots & X_{k,i} & \cdots & X_{19,i} \\ \vdots & \vdots & \vdots & & & & \vdots \\ 1 & X_{1,n} & X_{2,n} & \cdots & X_{k,n} & \cdots & X_{19,n} \end{bmatrix}, \quad \beta = \begin{bmatrix} \beta_0 \\ \beta_1 \\ \vdots \\ \beta_k \\ \vdots \\ \beta_{19} \end{bmatrix}$$

n = número de observaciones por cada efecto $X_{k,n}$

y_i = i -ésima observación de la variable de respuesta a relacionar (Pérdida de peso o densidad)

$X_{k,i}$ = i -ésima observación del efecto k evaluado

Una vez hallada la matriz de coeficientes β_k se procedió a seleccionar de todas las variables $X_{k,n}$ cuáles resultaron ser suficientemente explicativas para la variable dependiente.

La selección del subconjunto de variables explicativas del modelo de regresión se realizó mediante algoritmo Stepwise. Este algoritmo es uno de los más empleados y consiste en una combinación de los dos métodos de selección de variables explicativas llamados *forward* (o de eliminación hacia adelante) y *backward* (o de eliminación hacia atrás).

En el primer método, *forward*, comienza por un modelo que no contiene ninguna variable explicativa y se añade como primera de ellas a la que presente un mayor coeficiente de correlación, en valor absoluto, con la variable dependiente. En los pasos sucesivos se va incorporando al modelo aquella variable que presenta un mayor coeficiente de correlación parcial con la variable dependiente dadas las independientes ya incluidas en el modelo. El procedimiento se detiene cuando el incremento en el coeficiente de determinación debido a la inclusión de una nueva variable explicativa en el modelo ya no es importante.

Luego sigue el segundo paso, conocido como *backward* en el que individualmente se comienza por considerar incluidas en el modelo teórico a todas las variables disponibles y se van eliminando del modelo de una en una según su capacidad explicativa. En concreto, la primera variable que se elimina es aquella que presenta un menor coeficiente de correlación parcial con la variable dependiente, o lo que es equivalente, un menor valor del estadístico t, y así sucesivamente hasta llegar a una situación en la que la eliminación de una variable más suponga un descenso demasiado acusado en el coeficiente de determinación.

A diferencia de ambos métodos considerados individualmente, cuando una variable entra en el modelo ya no vuelve a salir, en el procedimiento *Stepwise* es posible que la inclusión de una nueva variable haga que otra que ya estaba en el modelo resulte redundante y sea “expulsada” de él. (26)

El cálculo del modelo matemático y la selección de variables explicativas por el método *Stepwise* se realizó por medio del programa SPSS® 16.0

3.2.8.5 Análisis de varianza

Se realizó para determinar si la fuente de variación (alteración metamórfica) influye de manera que existen diferencias significativas entre las respuestas de cada tratamiento. Para este análisis se trabajó con un nivel de confianza del 95%.

El modelo estadístico es el siguiente:

$$Y_{ijk} = \mu + \tau_i + \beta_j + (\tau\beta)_{ij} + \varepsilon_{ijk}$$

Donde:

Y_{ijk} = Variable respuesta (pérdida de peso, densidad o coordenadas $L^*a^*b^*$ del color)

μ = Efecto de la media general

τ_i = Efecto del i-ésimo tipo de caolín

β_j = Efecto del j-ésimo nivel de temperatura en grados Celsius (°C)

$(\tau\beta)_{ij}$ = Efecto del ij -ésima interacción entre factores

ε_{ijk} = Efecto error experimental asociado a la ijk -ésima unidad experimental

El análisis de varianza de los datos de peso residual, densidad absoluta y las coordenadas del color $L^*a^*b^*$, se realizó mediante el programa Microsoft™ Excel 2003, el cual utiliza como base las ecuaciones descritas en la tabla VI.

Tabla XI. Ecuaciones para realizar el análisis de varianza

Fuente de variación	Grados de libertad (gl)	Suma de cuadrados (SC)	Cuadrado de medias (CM)	F Calculada	F Tabulada
Bloques	$r-1$	$\sum_{k=1}^r \frac{Y_{...k}^2}{ab} - \frac{Y^2}{abr}$	SC_{bloq}/gl_{bloq}	CM_{trat}/CM_{ee}	
A	$a-1$	$\sum_{i=1}^a \frac{Y_{i...}^2}{rb} - \frac{Y^2}{abr}$	SC_A/gl_A	CM_A/CM_{ee}	$F_{tab(a-1; gl_{ee}; \alpha)}$
B	$b-1$	$\sum_{j=1}^b \frac{Y_{.j.}^2}{ra} - \frac{Y^2}{abr}$	SC_B/gl_B	CM_B/CM_{ee}	$F_{tab(a-1; gl_{ee}; \alpha)}$
AB	$(a-1)(b-1)$	$\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \frac{Y_{ij.}^2}{r} - \frac{Y^2}{abr} - SC_A - SC_B$	SC_{AB}/gl_{AB}	CM_{AB}/CM_{ee}	$F_{tab(a-1; b-1; gl_{ee}; \alpha)}$
Error (ee)	$ab-1 (r-1)$	$SC_{TOTAL} - SC_{bloques} - SC_A - SC_B - SC_{AB}$	SC_{ee}/gl_{ee}		
Total	$abr-1$	$\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^r Y_{ijk}^2 - \frac{Y^2}{abr}$			

Fuente: Walpole, Ronald. Probabilidad y Estadística para Ingenieros. Pág. 544

Para este estudio, se considerará que:

A= Tipo de caolín (hidrotermal y de tobas)

B= Temperatura de calentamiento (110, 190, 280, 350, 450, 550, 573, 673, 773, 873 y 900°C)

Regla de decisión:

Si $F_c \geq F_t$ Se rechaza la hipótesis nula (es decir, si existen diferencias significativas)

Si $F_c < F_t$ No se rechaza la hipótesis nula

Asimismo si en dado caso la diferencia entre F_c y F_t resulta ser positiva se analizará de la siguiente manera:

- $\log(F_c - F_t) < 0$ = Diferencia poco significativa
- $0 < \log(F_c - F_t) < 1$ = Diferencia significativa baja
- $1 < \log(F_c - F_t) < 10$ = Diferencia significativa notable
- $10 < \log(F_c - F_t) < 100$ = Diferencia significativa extraordinaria

3.2.8.6 Análisis de comparación de parejas medias

Debido al caso de rechazar la hipótesis nula basada en los resultados del análisis de varianza, se afirmó que existen diferencias entre los valores de pérdida de peso, densidad y coordenadas $L^*a^*b^*$ del color en función tanto del tipo de caolín como de la temperatura de deshidroxilación con un nivel de confianza del 95%. Sin embargo debe hallarse en cuál de las medias de los efectos de cada tratamiento existe la diferencia significativa. Para ello se realizó el análisis de comparaciones de parejas medias de tratamientos de Tukey. (21)

Para esta prueba se declara que dos medias son significativamente diferentes si el valor absoluto de sus diferencias muestrales excede:

$$T_\alpha = q_{(\alpha, r, v)} S_{y_i} \quad (21-509)$$

Donde:

$q_{(\alpha, r, v)}$ = es el valor de la tabla de puntos porcentuales superiores de la distribución de rangos estudentizados.

$$S_{yi} = \text{error estándar de cada promedio} = \sqrt{CM_{cv}/n}$$

n = número de repeticiones por tratamiento

4. RESULTADOS

Tabla XII. Promedio de las tres repeticiones realizadas para la determinación de pérdida de peso y densidad en función de la temperatura de deshidroxilación para ambos tipos de caolines

Zona	Temperatura (°C)	Pérdida en peso %		Densidad (g/cm ³)	
		Toba triturada	Hidrotermal	Toba triturada	Hidrotermal
1	25	100.00%	100.00%	2.218	2.200
	110	98.68%	97.39%	2.224	2.230
	190	98.02%	96.90%	2.310	2.246
	280	97.07%	96.29%	2.593	2.262
2	350	96.72%	95.74%	2.770	2.293
	450	96.28%	95.22%	2.864	2.508
	550	93.72%	94.34%	2.854	2.637
	573	90.95%	93.76%	2.870	2.637
	673	90.20%	93.10%	2.863	2.640
	773	89.22%	92.28%	2.857	2.643
3	873	88.18%	90.51%	2.884	2.855
	900	88.05%	90.28%	2.908	2.906

Tabla XIII. Promedio de las tres repeticiones realizadas para la determinación del cambio en la pérdida de peso y densidad en función de la temperatura de deshidroxilación para ambos tipos de caolines

Zona	Temperatura (°C)	Velocidad Pérdida de peso $\delta m/\delta T$ (g/°C)		Velocidad Densidad $\delta \rho/\delta T$ (g/cm ³ °C)	
		Toba triturada	Hidrotermal	Toba triturada	Hidrotermal
1	67.5	0.00078	0.00154	0.00008	0.00036
	150.0	0.00041	0.00030	0.00107	0.00026
	235.0	0.00053	0.00034	0.00315	0.00024
	315.0	0.00025	0.00039	0.00252	0.00044
2	400.0	0.00022	0.00026	0.00056	0.00229
	500.0	0.00128	0.00044	0.00010	0.00132
	561.5	0.00602	0.00126	0.00019	0.00012
	623.0	0.00038	0.00033	0.00015	0.00008
	723.0	0.00049	0.00041	0.00007	0.00014
3	823.0	0.00052	0.00089	0.00027	0.00212
	886.5	0.00024	0.00042	0.00088	0.00261

Tabla XIV. Promedio de las tres repeticiones realizadas para las coordenadas del color $L^*a^*b^*$ en función de la temperatura de deshidroxilación para ambos tipos de caolines

Zona	Temperatura (°C)	L^*		a^*		b^*	
		Toba T.	Hidrotermal	Toba T.	Hidrotermal	Toba T.	Hidrotermal
1	25	92.840	85.290	-0.830	0.800	8.080	11.460
	110	89.140	78.577	-1.330	0.987	8.737	14.017
	190	88.153	76.293	-1.273	1.030	8.387	13.300
	280	86.763	70.413	-0.650	2.533	7.883	13.067
2	350	83.603	59.050	-0.460	3.037	6.620	11.273
	450	81.933	64.503	0.453	3.210	10.463	12.567
	550	82.747	76.807	0.747	4.450	13.080	16.053
	573	83.523	78.137	0.897	5.013	13.347	16.557
	673	85.547	84.783	1.537	5.120	13.463	16.873
3	773	87.157	84.940	2.077	4.310	14.250	16.437
	873	87.683	87.350	2.253	4.207	16.663	13.830
	900	87.310	87.933	2.817	4.897	18.323	15.380

Tabla XV. Expresiones matemáticas empíricas de la pérdida de peso y densidad en función de las coordenadas $L^*a^*b^*$ del color

Tipo de Caolín	Variable dependiente	Polinomio	R
Toba triturada	Pérdida en peso (%)	$pp\%(L, a, b) = -1.777 \times 10^{-5} L^2 a - 0.004 b + 0.004 a^3 + 0.106 a - 0.006 a^2 + 0.993$	0.971
	Densidad (g/cm ³)	$\rho(L, a, b) = 8.631 \times 10^{-5} L^2 a - 0.028 L - 0.41 a^2 - 0.473 a + 5.118$	0.961
Hidrotermal	Pérdida en peso (%)	$pp\%(L, a, b) = -5.916 \times 10^{-6} L^2 a + 1.03 \times 10^{-7} L^3 - 1.395 \times 10^{-5} b^3 + 0.996$	0.940
	Densidad (g/cm ³)	$\rho(L, a, b) = 4.599 \times 10^{-5} L^2 a + 0.009 ab + 2.066$	0.953

Figura 24. Termograma – comportamiento de la pérdida de peso en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

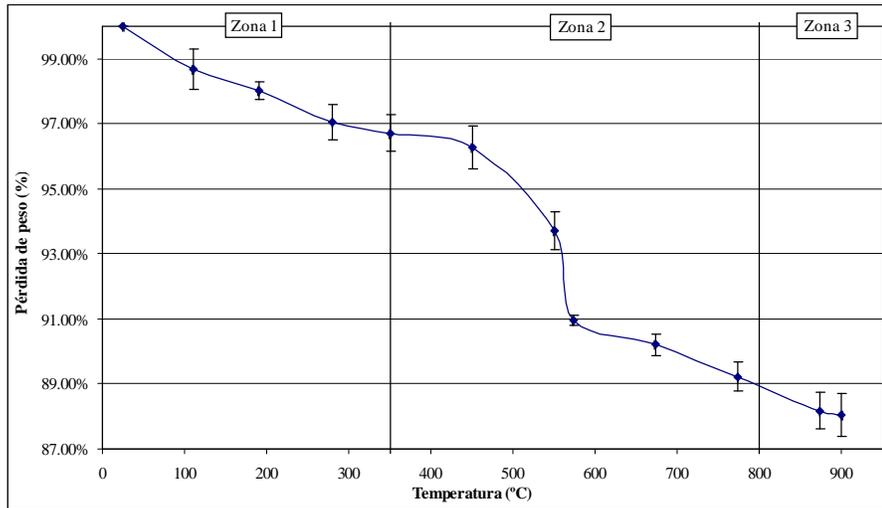


Figura 25. Termograma – comportamiento de la razón cambio en la pérdida de peso en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

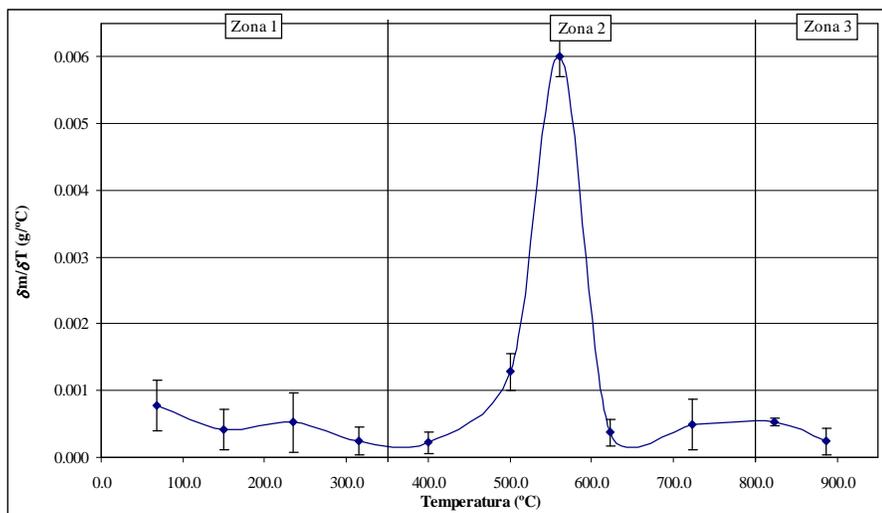


Figura 26. Termograma – comportamiento de la densidad en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

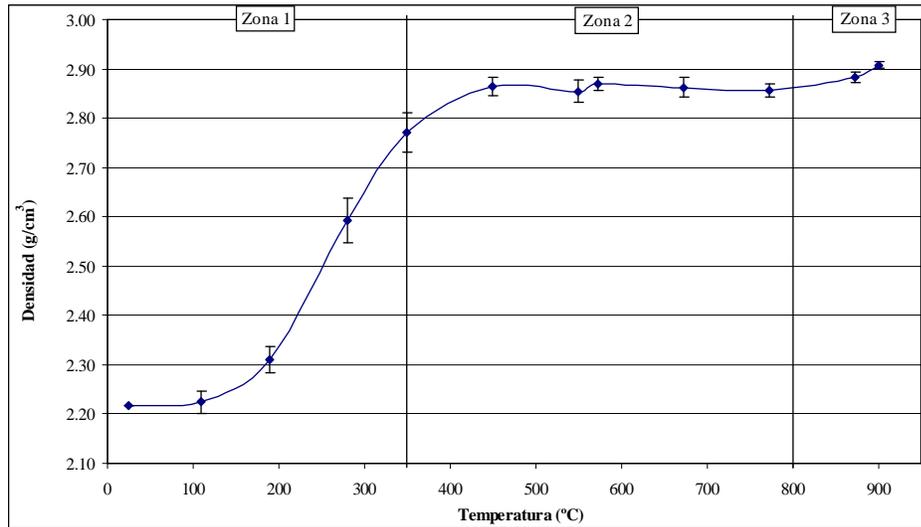


Figura 27. Termograma – comportamiento de la razón de cambio en la densidad en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

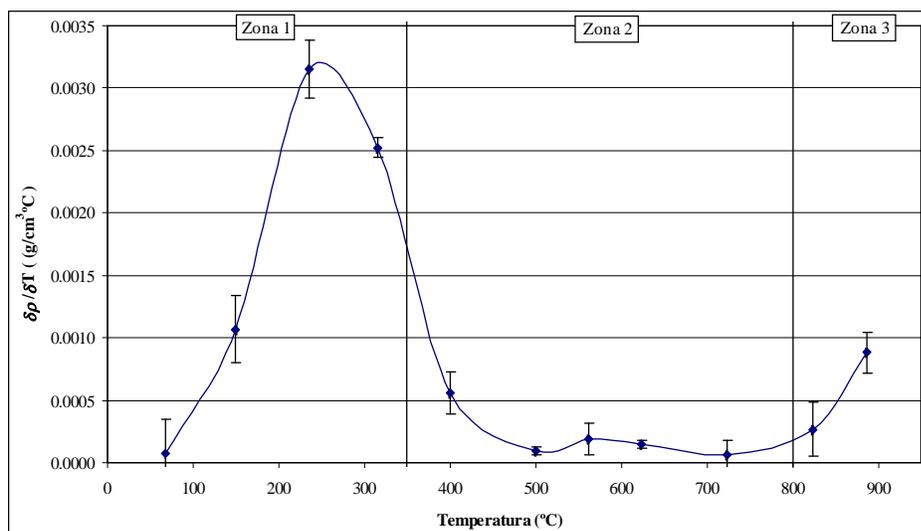


Figura 28. Termograma – comportamiento de la pérdida de peso en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL

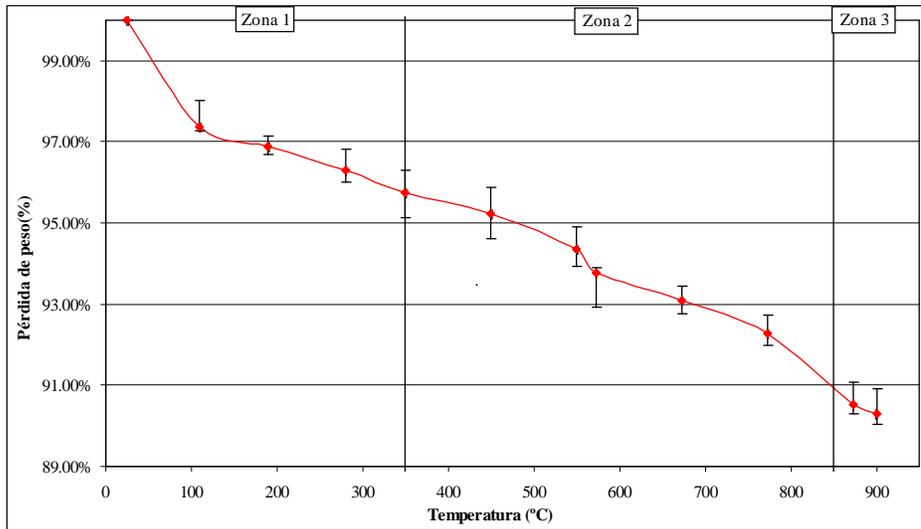


Figura 29. Termograma – comportamiento de la razón cambio en la pérdida de peso en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL

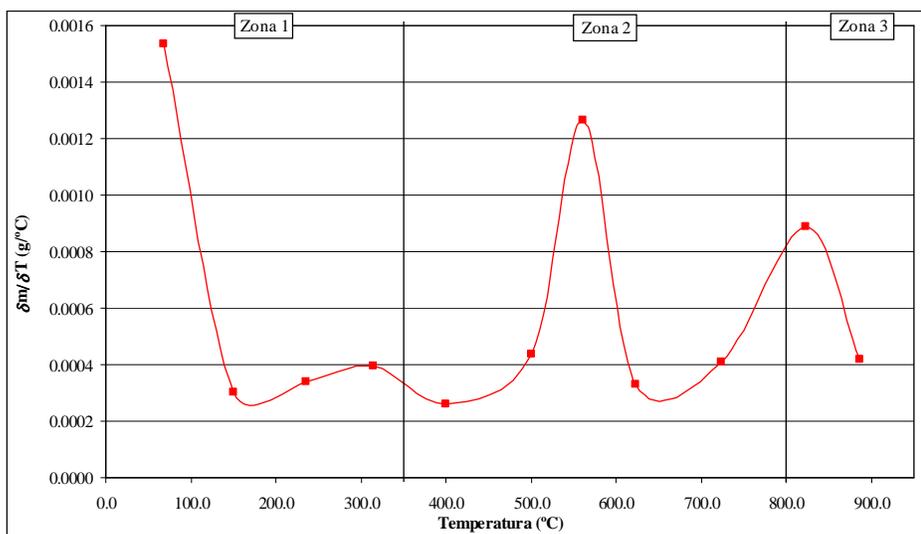


Figura 30. Termograma – comportamiento de la densidad en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL

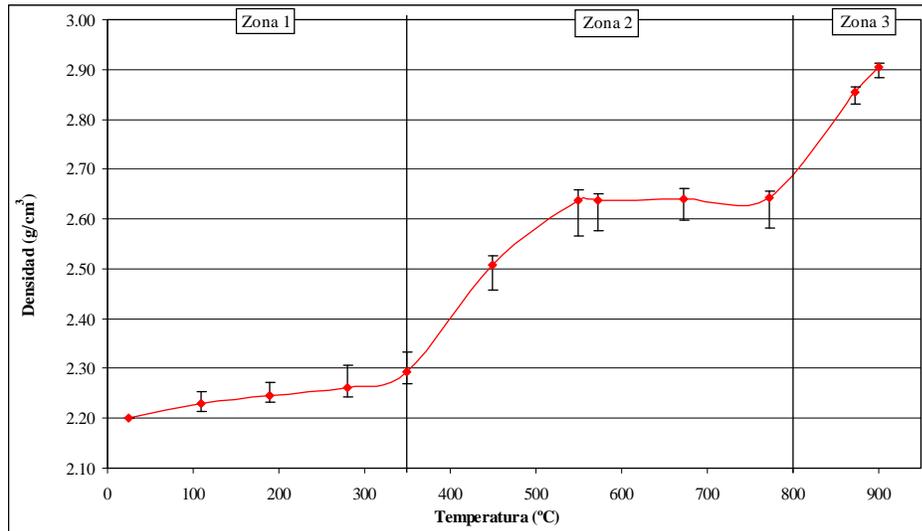


Figura 31. Termograma – comportamiento de la razón de cambio en la densidad en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL

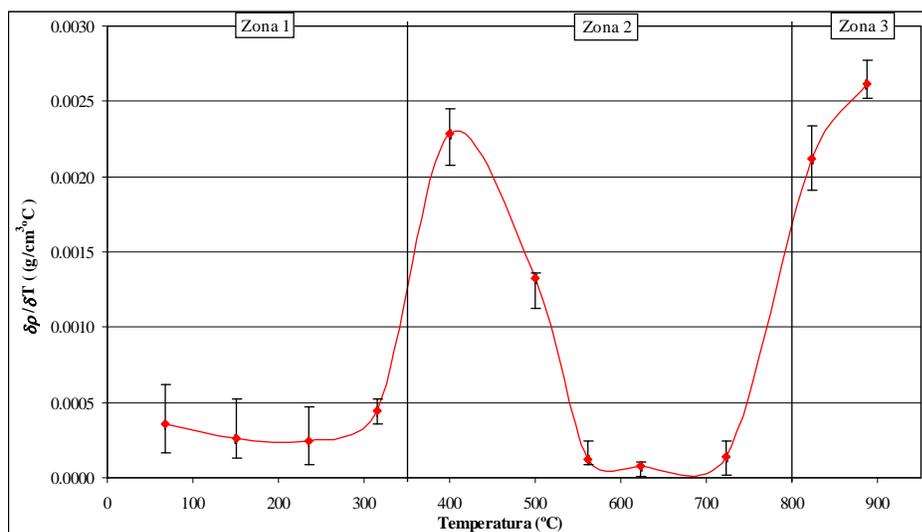


Figura 32. Termograma – comportamiento de la coordenada L^* del color en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

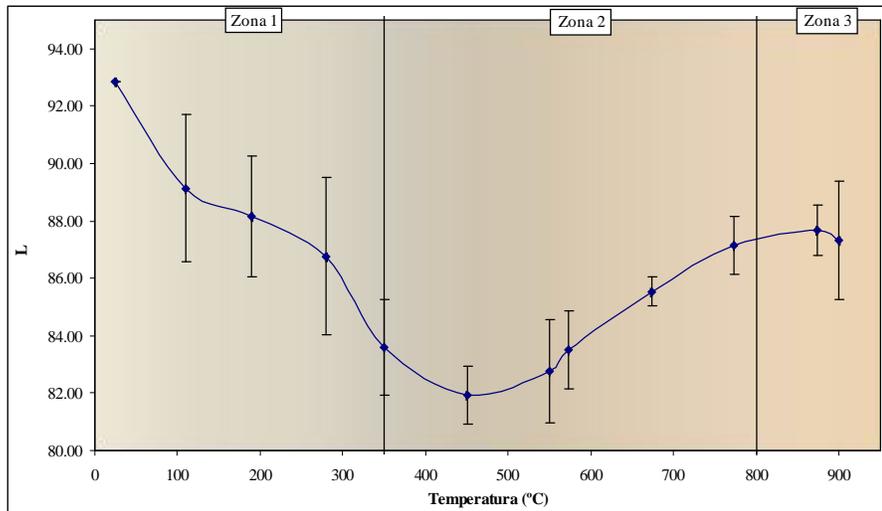


Figura 33. Termograma – comportamiento de la coordenada L^* del color en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTÉRMAL

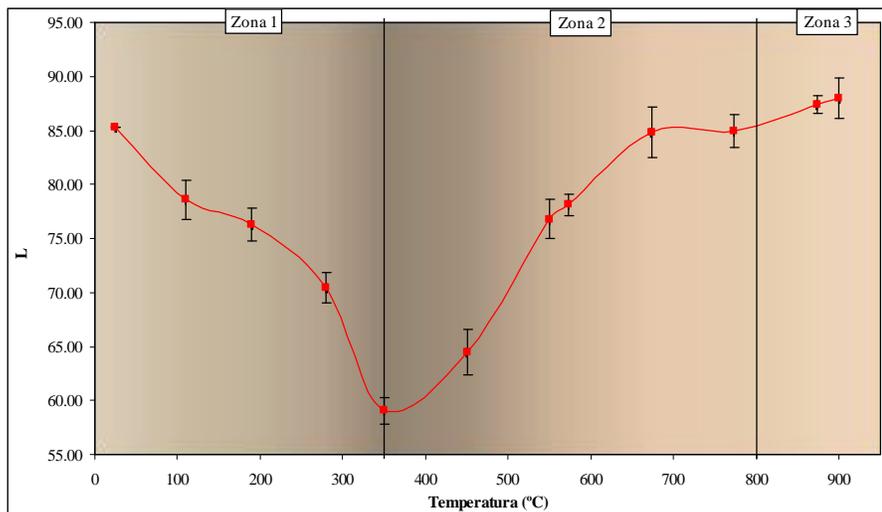


Figura 34. Termograma – comportamiento de la coordenada a^* del color en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

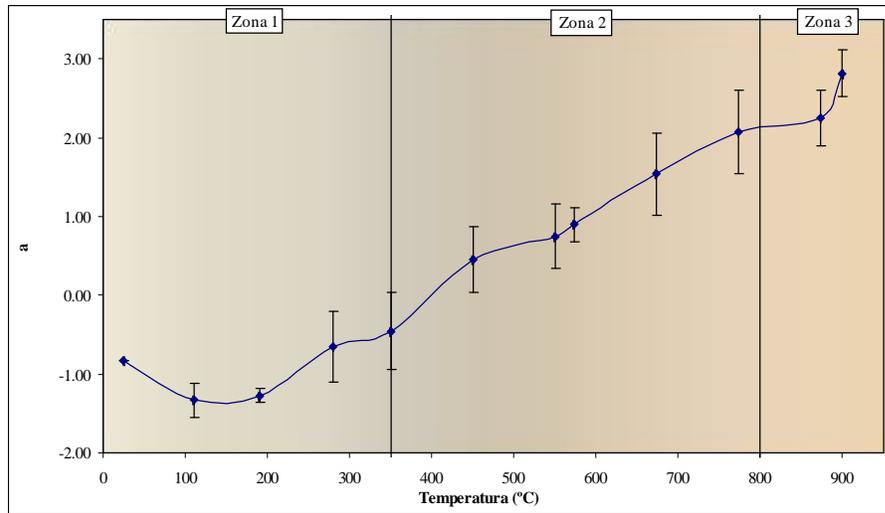


Figura 35. Termograma – comportamiento de la coordenada a^* del color en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL

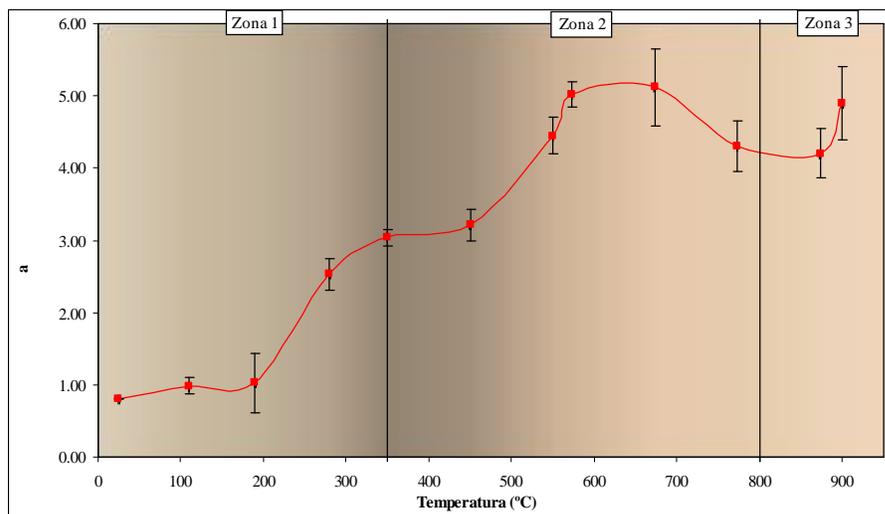


Figura 36. Termograma – comportamiento de la coordenada b^* del color en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

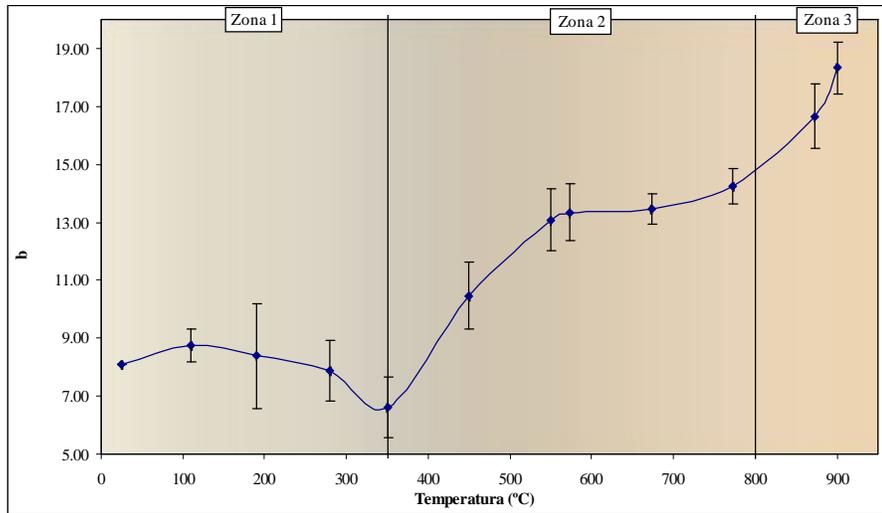


Figura 37. Termograma – comportamiento de la coordenada b^* del color en función de la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL

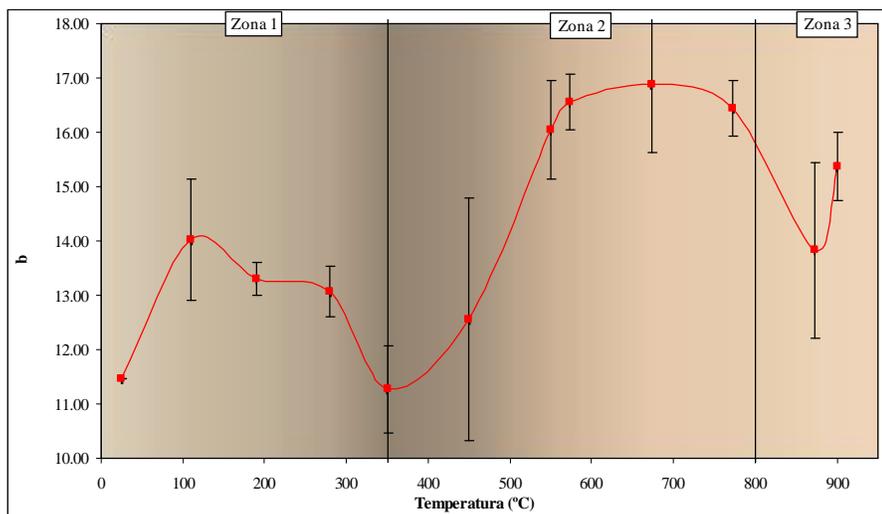


Figura 38. Gráfica comparativa de los termogramas de la pérdida de peso los dos tipos de caolines

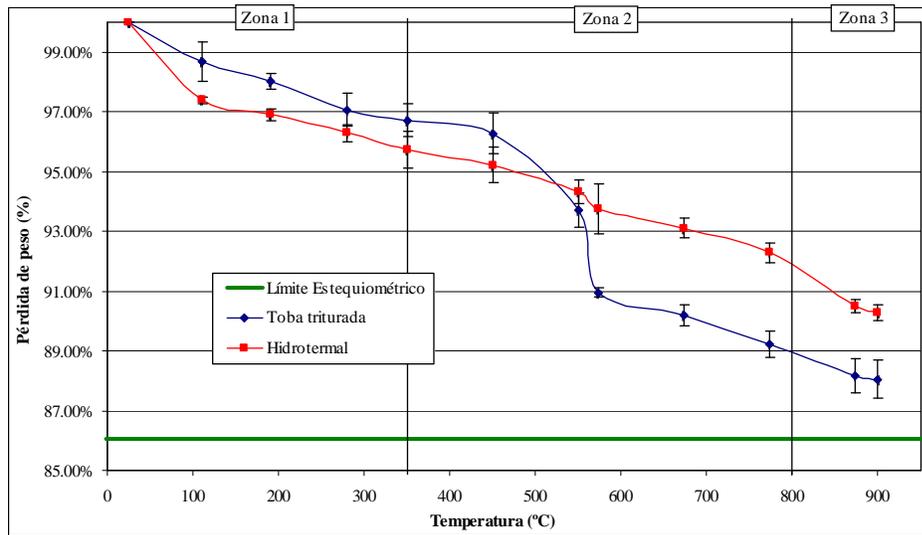


Figura 39. Gráfica comparativa de los termogramas de la razón de cambio en la pérdida de peso para los dos tipos de caolines

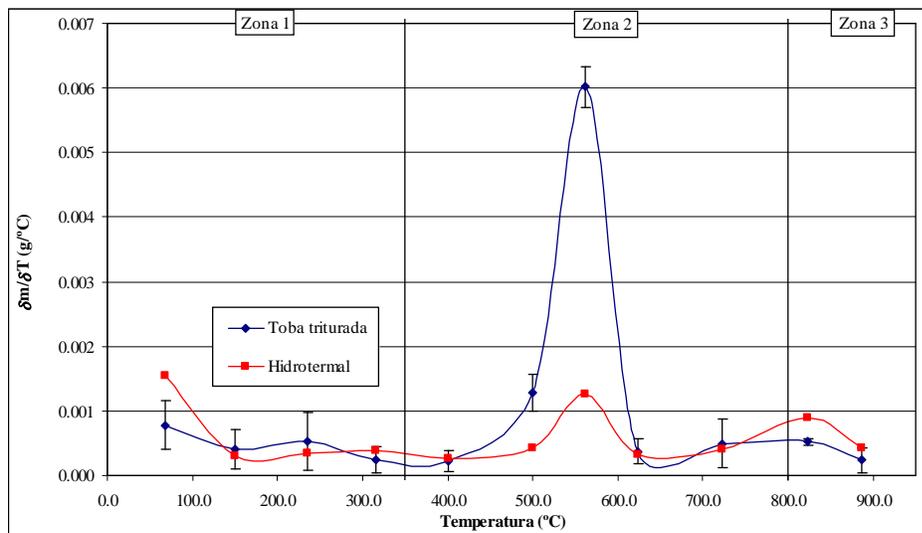


Figura 40. Gráfica comparativa de los termogramas de la densidad para los dos tipos de caolines

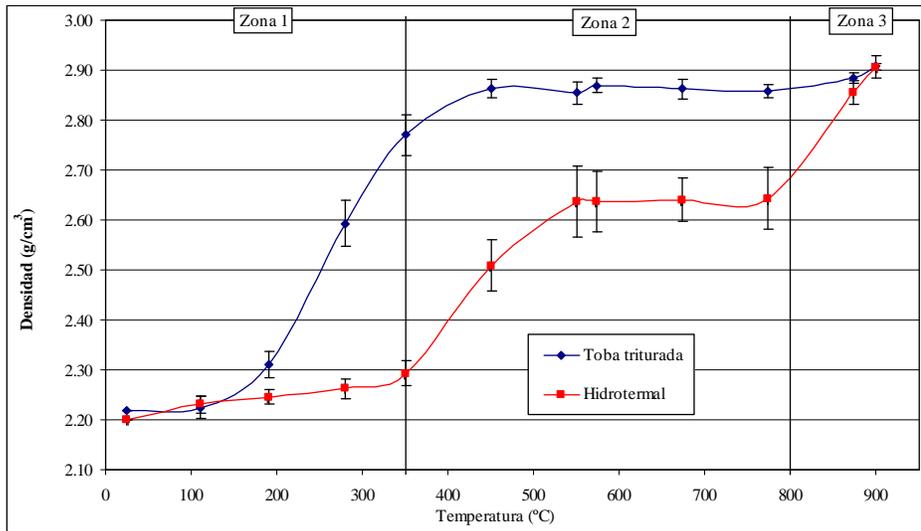


Figura 41. Gráfica comparativa de los termogramas de la razón de cambio en la densidad para los dos tipos de caolines

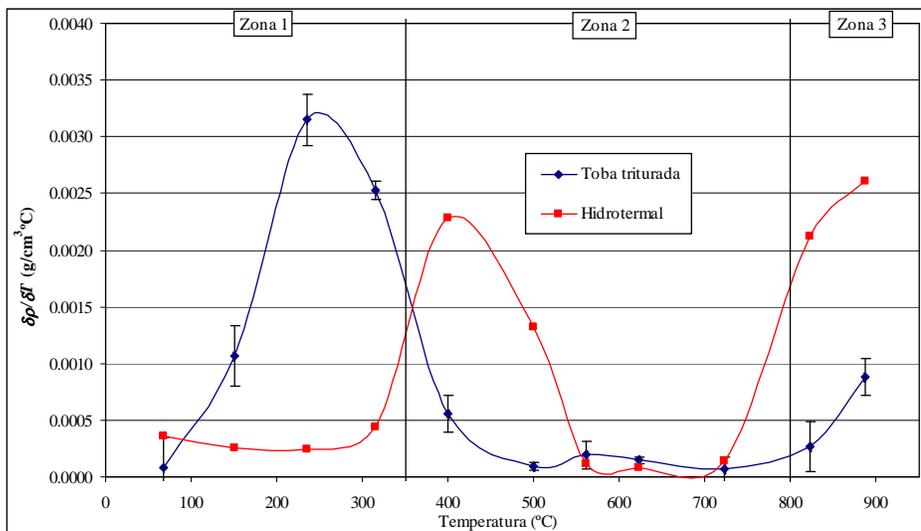


Figura 42. Gráfica comparativa de los termogramas de la coordenada L^* del color para los dos tipos de caolines

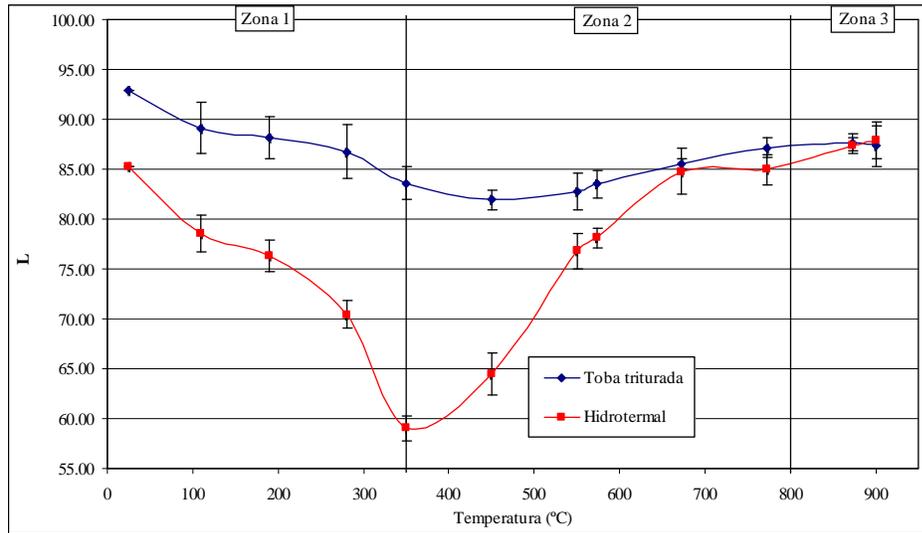


Figura 43. Gráfica comparativa de los termogramas de la coordenada a^* del color para los dos tipos de caolines

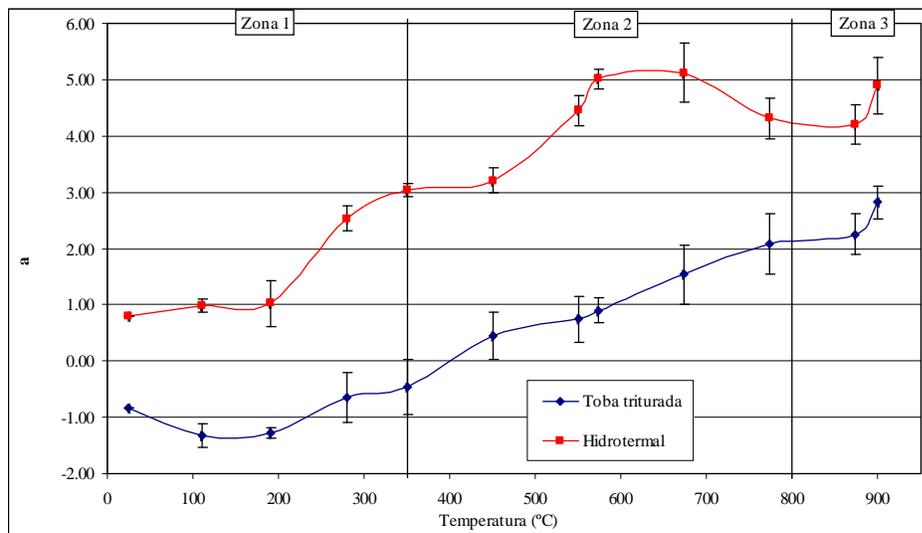


Figura 44. Gráfica comparativa de los termogramas de la coordenada b^* del color para los dos tipos de caolines

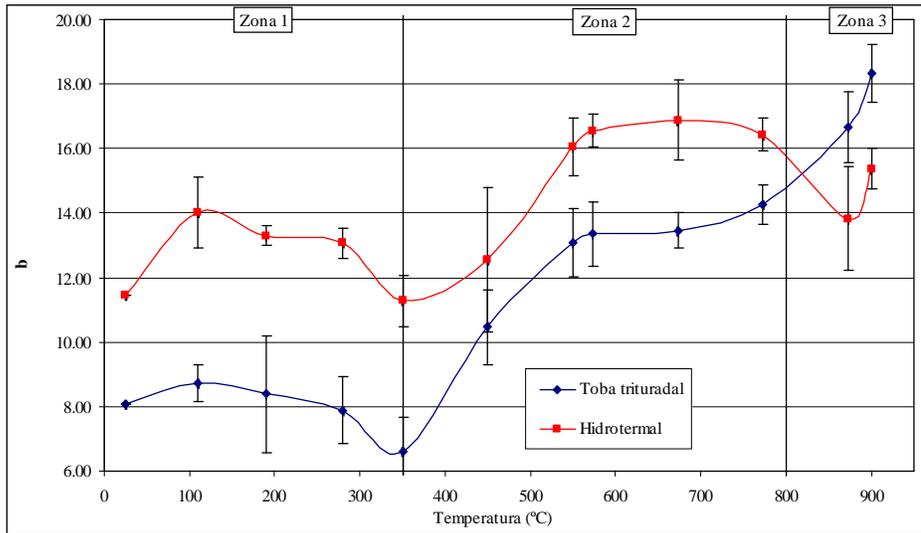


Figura 45. Fotografía de muestrario caolines calcinados a diferentes temperaturas



Tabla XVI. Interpretación de los datos obtenidos del análisis de varianza realizado para los valores de pérdida de peso para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación

Fuente de variación	F Calculada	F Tabulada	Fc>Ft	Log (Fc-Ft)	Interpretación
Temperatura	375.45	1.995	Sí	2.57	Ho rechazada: Existe diferencia significativa notable en al menos dos respuestas encontradas para la pérdida de peso en función del tipo de la temperatura de deshidroxilación.
Tipo de Caolín	46.01	4.043	Sí	1.62	Ho rechazada: Existe diferencia significativa notable en al menos dos respuestas encontradas para la pérdida de peso en función del tipo de caolín utilizado.
Interacción	23.61	1.995	Sí	1.33	Existe interacción significativa notable entre ambas fuentes de variación: temperatura de deshidroxilación y tipo de caolín en cuanto a su efecto en la pérdida de peso.

Tabla XVII. Interpretación de los datos obtenidos del análisis de varianza realizado para los valores de densidad para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación

Fuente de variación	F Calculada	F Tabulada	Fc>Ft	Log (Fc-Ft)	Interpretación
Temperatura	349.23	1.995	Sí	2.54	Ho rechazada: Existe diferencia significativa notable en al menos dos respuestas encontradas para la densidad en función del tipo de la temperatura de deshidroxilación .
Tipo de Caolín	536.67	4.043	Sí	2.73	Ho rechazada: Existe diferencia significativa notable en al menos dos respuestas encontradas para la densidad en función del tipo de caolín utilizado.
Interacción	34.96	1.995	Sí	1.52	Existe interacción significativa notable entre ambas fuentes de variación: temperatura de deshidroxilación y tipo de caolín en cuanto a su efecto en la densidad.

Tabla XVIII. Interpretación de los datos obtenidos del análisis de varianza realizado para los valores de la coordenada L^* del color para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación

Fuente de variación	F Calculada	F Tabulada	Fc>Ft	Log (Fc-Ft)	Interpretación
Temperatura	72.32	1.995	Sí	1.85	Ho rechazada: Existe diferencia significativa notable en al menos dos respuestas encontradas para la coordenada L^* del color en función del tipo de la temperatura de deshidroxilación.
Tipo de Caolín	494.74	4.043	Sí	2.69	Ho rechazada: Existe diferencia significativa notable en al menos dos respuestas encontradas para la coordenada L^* del color en función del tipo de caolín utilizado.
Interacción	35.11	1.995	Sí	1.52	Existe interacción significativa notable entre ambas fuentes de variación: temperatura de deshidroxilación y tipo de caolín en cuanto a su efecto en la coordenada L^* del color.

Tabla XIX. Interpretación de los datos obtenidos del análisis de varianza realizado para los valores de la coordenada a^* del color para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación

Fuente de variación	F Calculada	F Tabulada	Fc>Ft	Log (Fc-Ft)	Interpretación
Temperatura	112.86	1.995	Sí	2.04	Ho rechazada: Existe diferencia significativa notable en al menos dos respuestas encontradas para la coordenada a^* del color en función del tipo de la temperatura de deshidroxilación.
Tipo de Caolín	1186.56	4.043	Sí	3.07	Ho rechazada: Existe diferencia significativa notable en al menos dos respuestas encontradas para la coordenada a^* del color en función del tipo de caolín utilizado.
Interacción	8.37	1.995	Sí	0.80	Existe interacción significativa baja entre ambas fuentes de variación: temperatura de deshidroxilación y tipo de caolín en cuanto a su efecto en la coordenada a^* del color.

Tabla XX. Interpretación de los datos obtenidos del análisis de varianza realizado para los valores de la coordenada b^* del color para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación

Fuente de variación	F Calculada	F Tabulada	Fc>Ft	Log (Fc-Ft)	Interpretación
Temperatura	41.53	1.995	Sí	1.60	Ho rechazada: Existe diferencia significativa notable en al menos dos respuestas encontradas para la coordenada b^* del color en función del tipo de la temperatura de deshidroxilación .
Tipo de Caolín	119.67	4.043	Sí	2.06	Ho rechazada: Existe diferencia significativa notable en al menos dos respuestas encontradas para la coordenada b^* del color en función del tipo de caolín utilizado.
Interacción	11.28	1.995	Sí	0.97	Si existe interacción significativa baja entre ambas fuentes de variación: temperatura de deshidroxilación y tipo de caolín en cuanto a su efecto en la coordenada b^* del color.

Tabla XXI. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de pérdida en peso

Temperatura (°C)	Pérdida en peso (%)		Diferencia	
	Caolín Toba Triturada	Caolín Hidrotermal		
25	100.00%	100.00%	0.00%	No Significativa
110	98.68%	97.39%	1.29%	Significativa
190	98.02%	96.90%	1.12%	Significativa
280	97.07%	96.29%	0.78%	No Significativa
350	96.72%	95.74%	0.98%	Significativa
450	96.28%	95.22%	1.06%	Significativa
550	93.72%	94.34%	0.62%	No Significativa
573	90.95%	93.76%	2.81%	Significativa
673	90.20%	93.10%	2.90%	Significativa
773	89.22%	92.28%	3.06%	Significativa
873	88.18%	90.51%	2.33%	Significativa
900	88.05%	90.28%	2.24%	Significativa

Tabla XXII. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de densidad

Temperatura (°C)	Densidad (g/cm ³)		Diferencia	
	Caolín Toba Triturada	Caolín Hidrotermal		
25	2.218	2.200	0.018	No Significativa
110	2.224	2.230	0.006	No Significativa
190	2.310	2.246	0.064	No Significativa
280	2.593	2.262	0.331	Significativa
350	2.770	2.293	0.477	Significativa
450	2.864	2.508	0.355	Significativa
550	2.854	2.637	0.218	Significativa
573	2.870	2.637	0.233	Significativa
673	2.863	2.640	0.223	Significativa
773	2.857	2.643	0.214	Significativa
873	2.884	2.855	0.029	No Significativa
900	2.908	2.906	0.002	No Significativa

Tabla XXIII. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de la coordenada L^* del color

Temperatura (°C)	L^*		Diferencia	
	Caolín Toba Triturada	Caolín Hidrotermal		
25	92.840	85.290	7.550	Significativa
110	89.140	78.577	10.563	Significativa
190	88.153	76.293	11.860	Significativa
280	86.763	70.413	16.350	Significativa
350	83.603	59.050	24.553	Significativa
450	81.933	64.503	17.430	Significativa
550	82.747	76.807	5.940	Significativa
573	83.523	78.137	5.387	Significativa
673	85.547	84.783	0.763	No Significativa
773	87.157	84.940	2.217	No Significativa
873	87.683	87.350	0.333	No Significativa
900	87.310	87.933	0.623	No Significativa

Tabla XXIV. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de la coordenada a^* del color

Temperatura (°C)	a^*		Diferencia	
	Caolín Toba Triturada	Caolín Hidrotermal		
25	-0.830	0.800	1.630	Significativa
110	-1.330	0.987	2.317	Significativa
190	-1.273	1.030	2.303	Significativa
280	-0.650	2.533	3.183	Significativa
350	-0.460	3.037	3.497	Significativa
450	0.453	3.210	2.757	Significativa
550	0.747	4.450	3.703	Significativa
573	0.897	5.013	4.117	Significativa
673	1.537	5.120	3.583	Significativa
773	2.077	4.310	2.233	Significativa
873	2.253	4.207	1.953	Significativa
900	2.817	4.897	2.080	Significativa

Tabla XXV. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores de la coordenada b^* del color

Temperatura (°C)	b^*		Diferencia	
	Caolín Toba Triturada	Caolín Hidrotermal		
25	8.080	11.460	3.380	Significativa
110	8.737	14.017	5.280	Significativa
190	8.387	13.300	4.913	Significativa
280	7.883	13.067	5.183	Significativa
350	6.620	11.273	4.653	Significativa
450	10.463	12.567	2.103	Significativa
550	13.080	16.053	2.973	Significativa
573	13.347	16.557	3.210	Significativa
673	13.463	16.873	3.410	Significativa
773	14.250	16.437	2.187	Significativa
873	16.663	13.830	2.833	Significativa
900	18.323	15.380	2.943	Significativa

Tabla XXVI. Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la pérdida de peso y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

Zona	ΔT (°C)	Pérdida de peso 1 (%)	Pérdida de peso 2 (%)	Diferencia	
Zona 1	110 - 25	98.68%	100.00%	1.32%	Significativa
	190 - 110	98.02%	98.68%	0.66%	No Significativa
	190 - 25	98.02%	100.00%	1.98%	Significativa
	280 - 190	97.07%	98.02%	0.95%	Significativa
	280 - 110	97.07%	98.68%	1.61%	Significativa
	280 - 25	97.07%	100.00%	2.93%	Significativa
	350 - 280	96.72%	97.07%	0.35%	No Significativa
	350 - 190	96.72%	98.02%	1.30%	Significativa
	350 - 110	96.72%	98.68%	1.96%	Significativa
350 - 25	96.72%	100.00%	3.28%	Significativa	
Zona 2	450 - 350	96.28%	96.72%	0.44%	No Significativa
	550 - 450	93.72%	96.28%	2.56%	Significativa
	550 - 350	93.72%	96.72%	3.00%	Significativa
	573 - 550	90.95%	93.72%	2.77%	Significativa
	573 - 450	90.95%	96.28%	5.33%	Significativa
	573 - 350	90.95%	96.72%	5.76%	Significativa
	673 - 573	90.20%	90.95%	0.75%	No Significativa
	673 - 550	90.20%	93.72%	3.52%	Significativa
	673 - 450	90.20%	96.28%	6.08%	Significativa
	673 - 350	90.20%	96.72%	6.52%	Significativa
	773 - 673	89.22%	90.20%	0.98%	Significativa
	773 - 573	89.22%	90.95%	1.73%	Significativa
	773 - 550	89.22%	93.72%	4.50%	Significativa
773 - 450	89.22%	96.28%	7.06%	Significativa	
773 - 350	89.22%	96.72%	7.50%	Significativa	
Zona 3	873 - 773	88.18%	89.22%	1.05%	Significativa
	900 - 873	88.05%	88.18%	0.13%	No Significativa
	900 - 773	88.05%	89.22%	1.17%	Significativa

Tabla XXVII. Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la densidad y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

Zona	ΔT (°C)	Densidad 1 (g/cc)	Densidad 2 (g/cc)	Diferencia	
Zona 1	110 - 25	2.224	2.218	0.007	No Significativa
	190 - 110	2.310	2.224	0.086	Significativa
	190 - 25	2.310	2.218	0.092	Significativa
	280 - 190	2.593	2.310	0.283	Significativa
	280 - 110	2.593	2.224	0.369	Significativa
	280 - 25	2.593	2.218	0.376	Significativa
	350 - 280	2.770	2.593	0.177	Significativa
	350 - 190	2.770	2.310	0.460	Significativa
	350 - 110	2.770	2.224	0.546	Significativa
Zona 2	350 - 25	2.770	2.218	0.552	Significativa
	450 - 350	2.864	2.770	0.094	Significativa
	550 - 450	2.854	2.864	0.010	No Significativa
	550 - 350	2.854	2.770	0.084	Significativa
	573 - 550	2.870	2.854	0.015	No Significativa
	573 - 450	2.870	2.864	0.006	No Significativa
	573 - 350	2.870	2.770	0.100	Significativa
	673 - 573	2.863	2.870	0.007	No Significativa
	673 - 550	2.863	2.854	0.009	No Significativa
	673 - 450	2.863	2.864	0.001	No Significativa
	673 - 350	2.863	2.770	0.093	Significativa
	773 - 673	2.857	2.863	0.006	No Significativa
	773 - 573	2.857	2.870	0.012	No Significativa
	773 - 550	2.857	2.854	0.003	No Significativa
773 - 450	2.857	2.864	0.007	No Significativa	
Zona 3	773 - 350	2.857	2.770	0.087	Significativa
	873 - 773	2.884	2.857	0.027	No Significativa
	900 - 873	2.908	2.884	0.024	No Significativa
	900 - 773	2.908	2.857	0.050	No Significativa

Tabla XXVIII. Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la coordenada L^* del color y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

Zona	ΔT (°C)	L^*1	L^*2	Diferencia	
Zona 1	110 - 25	89.14	92.84	3.70	Significativa
	190 - 110	88.15	89.14	0.99	No Significativa
	190 - 25	88.15	92.84	4.69	Significativa
	280 - 190	86.76	88.15	1.39	No Significativa
	280 - 110	86.76	89.14	2.38	No Significativa
	280 - 25	86.76	92.84	6.08	Significativa
	350 - 280	83.60	86.76	3.16	No Significativa
	350 - 190	83.60	88.15	4.55	Significativa
	350 - 110	83.60	89.14	5.54	Significativa
350 - 25	83.60	92.84	9.24	Significativa	
Zona 2	450 - 350	81.93	83.60	1.67	No Significativa
	550 - 450	82.75	81.93	0.81	No Significativa
	550 - 350	82.75	83.60	0.86	No Significativa
	573 - 550	83.52	82.75	0.78	No Significativa
	573 - 450	83.52	81.93	1.59	No Significativa
	573 - 350	83.52	83.60	0.08	No Significativa
	673 - 573	85.55	83.52	2.02	No Significativa
	673 - 550	85.55	82.75	2.80	No Significativa
	673 - 450	85.55	81.93	3.61	Significativa
	673 - 350	85.55	83.60	1.94	No Significativa
	773 - 673	87.16	85.55	1.61	No Significativa
	773 - 573	87.16	83.52	3.63	Significativa
	773 - 550	87.16	82.75	4.41	Significativa
	773 - 450	87.16	81.93	5.22	Significativa
773 - 350	87.16	83.60	3.55	Significativa	
Zona 3	873 - 773	87.68	87.16	0.53	No Significativa
	900 - 873	87.31	87.68	0.37	No Significativa
	900 - 773	87.31	87.16	0.15	No Significativa

Tabla XXIX. Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la coordenada a^* del color y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

Zona	ΔT (°C)	a^*1	a^*2	Diferencia	
Zona 1	110 - 25	-1.33	-0.83	0.50	No Significativa
	190 - 110	-1.27	-1.33	0.06	No Significativa
	190 - 25	-1.27	-0.83	0.44	No Significativa
	280 - 190	-0.65	-1.27	0.62	No Significativa
	280 - 110	-0.65	-1.33	0.68	Significativa
	280 - 25	-0.65	-0.83	0.18	No Significativa
	350 - 280	-0.46	-0.65	0.19	No Significativa
	350 - 190	-0.46	-1.27	0.81	Significativa
	350 - 110	-0.46	-1.33	0.87	Significativa
350 - 25	-0.46	-0.83	0.37	No Significativa	
Zona 2	450 - 350	0.45	-0.46	0.91	Significativa
	550 - 450	0.75	0.45	0.29	No Significativa
	550 - 350	0.75	-0.46	1.21	Significativa
	573 - 550	0.90	0.75	0.15	No Significativa
	573 - 450	0.90	0.45	0.44	No Significativa
	573 - 350	0.90	-0.46	1.36	Significativa
	673 - 573	1.54	0.90	0.64	No Significativa
	673 - 550	1.54	0.75	0.79	Significativa
	673 - 450	1.54	0.45	1.08	Significativa
	673 - 350	1.54	-0.46	2.00	Significativa
	773 - 673	2.08	1.54	0.54	No Significativa
	773 - 573	2.08	0.90	1.18	Significativa
	773 - 550	2.08	0.75	1.33	Significativa
773 - 450	2.08	0.45	1.62	Significativa	
773 - 350	2.08	-0.46	2.54	Significativa	
Zona 3	873 - 773	2.25	2.08	0.18	No Significativa
	900 - 873	2.82	2.25	0.56	No Significativa
	900 - 773	2.82	2.08	0.74	Significativa

Tabla XXX. Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la coordenada b^* del color y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

Zona	ΔT (°C)	b^*1	b^*2	Diferencia	
Zona 1	110 - 25	8.74	8.08	0.66	No Significativa
	190 - 110	8.39	8.74	0.35	No Significativa
	190 - 25	8.39	8.08	0.31	No Significativa
	280 - 190	7.88	8.39	0.50	No Significativa
	280 - 110	7.88	8.74	0.85	No Significativa
	280 - 25	7.88	8.08	0.20	No Significativa
	350 - 280	6.62	7.88	1.26	No Significativa
	350 - 190	6.62	8.39	1.77	No Significativa
	350 - 110	6.62	8.74	2.12	Significativa
Zona 2	350 - 25	6.62	8.08	1.46	No Significativa
	450 - 350	10.46	6.62	3.84	Significativa
	550 - 450	13.08	10.46	2.62	Significativa
	550 - 350	13.08	6.62	6.46	Significativa
	573 - 550	13.35	13.08	0.27	No Significativa
	573 - 450	13.35	10.46	2.88	Significativa
	573 - 350	13.35	6.62	6.73	Significativa
	673 - 573	13.46	13.35	0.12	No Significativa
	673 - 550	13.46	13.08	0.38	No Significativa
	673 - 450	13.46	10.46	3.00	Significativa
	673 - 350	13.46	6.62	6.84	Significativa
	773 - 673	14.25	13.46	0.79	No Significativa
	773 - 573	14.25	13.35	0.90	No Significativa
	773 - 550	14.25	13.08	1.17	No Significativa
Zona 3	773 - 450	14.25	10.46	3.79	Significativa
	773 - 350	14.25	6.62	7.63	Significativa
	873 - 773	16.66	14.25	2.41	Significativa
	900 - 873	18.32	16.66	1.66	No Significativa
	900 - 773	18.32	14.25	4.07	Significativa

Tabla XXXI. Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la pérdida de peso y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL

Zona	ΔT (°C)	Pérdida de peso 1 (%)	Pérdida de peso 2 (%)	Diferencia	
Zona 1	110 - 25	97.39%	100.00%	2.61%	Significativa
	190 - 110	96.90%	97.39%	0.49%	No Significativa
	190 - 25	96.90%	100.00%	3.10%	Significativa
	280 - 190	96.29%	96.90%	0.61%	No Significativa
	280 - 110	96.29%	97.39%	1.10%	Significativa
	280 - 25	96.29%	100.00%	3.71%	Significativa
	350 - 280	95.74%	96.29%	0.55%	No Significativa
	350 - 190	95.74%	96.90%	1.16%	Significativa
	350 - 110	95.74%	97.39%	1.65%	Significativa
	350 - 25	95.74%	100.00%	4.26%	Significativa
Zona 2	450 - 350	95.22%	95.74%	0.52%	No Significativa
	550 - 450	94.34%	95.22%	0.87%	No Significativa
	550 - 350	94.34%	95.74%	1.39%	Significativa
	573 - 550	93.76%	94.34%	0.58%	No Significativa
	573 - 450	93.76%	95.22%	1.45%	Significativa
	573 - 350	93.76%	95.74%	1.97%	Significativa
	673 - 573	93.10%	93.76%	0.66%	No Significativa
	673 - 550	93.10%	94.34%	1.24%	Significativa
	673 - 450	93.10%	95.22%	2.12%	Significativa
	673 - 350	93.10%	95.74%	2.64%	Significativa
	773 - 673	92.28%	93.10%	0.82%	No Significativa
	773 - 573	92.28%	93.76%	1.48%	Significativa
	773 - 550	92.28%	94.34%	2.06%	Significativa
	773 - 450	92.28%	95.22%	2.93%	Significativa
773 - 350	92.28%	95.74%	3.45%	Significativa	
Zona 3	873 - 773	90.51%	92.28%	1.78%	Significativa
	900 - 873	90.28%	90.51%	0.23%	No Significativa
	900 - 773	90.28%	92.28%	2.00%	Significativa

Tabla XXXII. Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la densidad y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL

Zona	ΔT (°C)	Densidad 1 (g/cc)	Densidad 2 (g/cc)	Diferencia	
Zona 1	110 - 25	2.230	2.200	0.030	No Significativa
	190 - 110	2.246	2.230	0.016	No Significativa
	190 - 25	2.246	2.200	0.046	No Significativa
	280 - 190	2.262	2.246	0.016	No Significativa
	280 - 110	2.262	2.230	0.032	No Significativa
	280 - 25	2.262	2.200	0.062	No Significativa
	350 - 280	2.293	2.262	0.031	No Significativa
	350 - 190	2.293	2.246	0.047	No Significativa
	350 - 110	2.293	2.230	0.063	No Significativa
	350 - 25	2.293	2.200	0.093	Significativa
Zona 2	450 - 350	2.508	2.293	0.215	Significativa
	550 - 450	2.637	2.508	0.128	Significativa
	550 - 350	2.637	2.293	0.343	Significativa
	573 - 550	2.637	2.637	0.000	No Significativa
	573 - 450	2.637	2.508	0.128	Significativa
	573 - 350	2.637	2.293	0.343	Significativa
	673 - 573	2.640	2.637	0.003	No Significativa
	673 - 550	2.640	2.637	0.003	No Significativa
	673 - 450	2.640	2.508	0.132	Significativa
	673 - 350	2.640	2.293	0.347	Significativa
	773 - 673	2.643	2.640	0.003	No Significativa
	773 - 573	2.643	2.637	0.007	No Significativa
	773 - 550	2.643	2.637	0.007	No Significativa
	773 - 450	2.643	2.508	0.135	Significativa
773 - 350	2.643	2.293	0.350	Significativa	
Zona 3	873 - 773	2.855	2.643	0.212	Significativa
	900 - 873	2.906	2.855	0.050	No Significativa
	900 - 773	2.906	2.643	0.262	Significativa

Tabla XXXIII. Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la coordenada L^* del color y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTHERMAL

Zona	ΔT (°C)	L^*1	L^*2	Diferencia	
Zona 1	110 - 25	78.58	85.29	6.71	Significativa
	190 - 110	76.29	78.58	2.28	No Significativa
	190 - 25	76.29	85.29	9.00	Significativa
	280 - 190	70.41	76.29	5.88	Significativa
	280 - 110	70.41	78.58	8.16	Significativa
	280 - 25	70.41	85.29	14.88	Significativa
	350 - 280	59.05	70.41	11.36	Significativa
	350 - 190	59.05	76.29	17.24	Significativa
	350 - 110	59.05	78.58	19.53	Significativa
	350 - 25	59.05	85.29	26.24	Significativa
Zona 2	450 - 350	64.50	59.05	5.45	Significativa
	550 - 450	76.81	64.50	12.30	Significativa
	550 - 350	76.81	59.05	17.76	Significativa
	573 - 550	78.14	76.81	1.33	No Significativa
	573 - 450	78.14	64.50	13.63	Significativa
	573 - 350	78.14	59.05	19.09	Significativa
	673 - 573	84.78	78.14	6.65	Significativa
	673 - 550	84.78	76.81	7.98	Significativa
	673 - 450	84.78	64.50	20.28	Significativa
	673 - 350	84.78	59.05	25.73	Significativa
	773 - 673	84.94	84.78	0.16	No Significativa
	773 - 573	84.94	78.14	6.80	Significativa
	773 - 550	84.94	76.81	8.13	Significativa
	773 - 450	84.94	64.50	20.44	Significativa
773 - 350	84.94	59.05	25.89	Significativa	
Zona 3	873 - 773	87.35	84.94	2.41	No Significativa
	900 - 873	87.93	87.35	0.58	No Significativa
	900 - 773	87.93	84.94	2.99	No Significativa

Tabla XXXIV. Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la coordenada a^* del color y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN HIDROTERMAL

Zona	ΔT (°C)	a^*1	a^*2	Diferencia	
Zona 1	110 - 25	0.99	0.80	0.19	No Significativa
	190 - 110	1.03	0.99	0.04	No Significativa
	190 - 25	1.03	0.80	0.23	No Significativa
	280 - 190	2.53	1.03	1.50	Significativa
	280 - 110	2.53	0.99	1.55	Significativa
	280 - 25	2.53	0.80	1.73	Significativa
	350 - 280	3.04	2.53	0.50	No Significativa
	350 - 190	3.04	1.03	2.01	Significativa
	350 - 110	3.04	0.99	2.05	Significativa
	350 - 25	3.04	0.80	2.24	Significativa
Zona 2	450 - 350	3.21	3.04	0.17	No Significativa
	550 - 450	4.45	3.21	1.24	Significativa
	550 - 350	4.45	3.04	1.41	Significativa
	573 - 550	5.01	4.45	0.56	No Significativa
	573 - 450	5.01	3.21	1.80	Significativa
	573 - 350	5.01	3.04	1.98	Significativa
	673 - 573	5.12	5.01	0.11	No Significativa
	673 - 550	5.12	4.45	0.67	No Significativa
	673 - 450	5.12	3.21	1.91	Significativa
	673 - 350	5.12	3.04	2.08	Significativa
	773 - 673	4.31	5.12	0.81	Significativa
	773 - 573	4.31	5.01	0.70	Significativa
	773 - 550	4.31	4.45	0.14	No Significativa
	773 - 450	4.31	3.21	1.10	Significativa
773 - 350	4.31	3.04	1.27	Significativa	
Zona 3	873 - 773	4.21	4.31	0.10	No Significativa
	900 - 873	4.90	4.21	0.69	Significativa
	900 - 773	4.90	4.31	0.59	No Significativa

Tabla XXXV. Evaluación de significación con base al análisis de comparación de parejas medias de Tukey en función de la coordenada b^* del color y la temperatura de deshidroxilación del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

Zona	ΔT (°C)	b^*1	b^*2	Diferencia	
Zona 1	110 - 25	14.02	11.46	2.56	Significativa
	190 - 110	13.30	14.02	0.72	No Significativa
	190 - 25	13.30	11.46	1.84	No Significativa
	280 - 190	13.07	13.30	0.23	No Significativa
	280 - 110	13.07	14.02	0.95	No Significativa
	280 - 25	13.07	11.46	1.61	No Significativa
	350 - 280	11.27	13.07	1.79	No Significativa
	350 - 190	11.27	13.30	2.03	Significativa
	350 - 110	11.27	14.02	2.74	Significativa
350 - 25	11.27	11.46	0.19	No Significativa	
Zona 2	450 - 350	12.57	11.27	1.29	No Significativa
	550 - 450	16.05	12.57	3.49	Significativa
	550 - 350	16.05	11.27	4.78	Significativa
	573 - 550	16.56	16.05	0.50	No Significativa
	573 - 450	16.56	12.57	3.99	Significativa
	573 - 350	16.56	11.27	5.28	Significativa
	673 - 573	16.87	16.56	0.32	No Significativa
	673 - 550	16.87	16.05	0.82	No Significativa
	673 - 450	16.87	12.57	4.31	Significativa
	673 - 350	16.87	11.27	5.60	Significativa
	773 - 673	16.44	16.87	0.44	No Significativa
	773 - 573	16.44	16.56	0.12	No Significativa
	773 - 550	16.44	16.05	0.38	No Significativa
	773 - 450	16.44	12.57	3.87	Significativa
773 - 350	16.44	11.27	5.16	Significativa	
Zona 3	873 - 773	13.83	16.44	2.61	Significativa
	900 - 873	15.38	13.83	1.55	No Significativa
	900 - 773	15.38	16.44	1.06	No Significativa

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

En este estudio los minerales analizados se denominaron en función del tipo de alteración metamórfica inicial: caolín hidrotermal y caolín de toba triturada. El análisis termogravimétrico de los dos caolines se preparó tomando en cuenta ciertas variables en los antecedentes y otros trabajos de investigación anteriores. Por ejemplo, el tamaño de partícula, tamiz <325, es el mismo que recomienda W. D. Smiley (19); y la unidad experimental, que se utilizó en las investigaciones de K. Ochaeta (14) y M. Samayoa (18), constó de una cápsula de porcelana con una capa de aproximadamente ¼ cm de grosor del material con el fin de obtener una calcinación uniforme con un diseño experimental completamente al azar bifactorial con 3 repeticiones para cada observación.

Luego de la preparación del material se introdujeron las muestras en la mufla y se calcinaron a una serie de temperaturas, que según J. Alarcón (23), corresponden teóricamente a las fases de transformación de caolín a metacaolín por calentamiento: desecación, deshidratación, reacción y descomposición del caolín. Asimismo otras prácticas implementada de los trabajos de graduación de K. Ochaeta (14) y M. Samayoa (18) fueron la apertura periódica de la mufla para la liberación constante de agua evitando la reversibilidad de la reacción por el equilibrio químico entre especies; y el tiempo de residencia de una hora en cada temperatura. Sin embargo la mufla utilizada en el experimento trabajó con una velocidad promedio de calentamiento baja (7.2°C/min aproximadamente) por lo tanto el período de calentamiento para cada temperatura fue de una hora más el tiempo de transición de un valor de temperatura a otro que en promedio fue de 12 minutos (ver sección de Apéndice 2, Datos Originales).

El comportamiento del caolín a lo largo de su deshidroxilación se puede estudiar en función sus propiedades fisicoquímicas, en este caso se evaluaron las variaciones en el peso, densidad y color en función de la temperatura de calentamiento las cuales se relacionan directamente con la pérdida de agua y cambios en su estructura cristalina durante la reacción de deshidroxilación ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 + \text{Calor} \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}\uparrow$).

Luego de retirar las muestras del horno de calcinación, se colocaron en una desecadora, dejando que éstas alcanzaran la temperatura ambiente e inmediatamente se realizó la medición de peso residual de cada una de ellas. Después se almacenó cada una de las muestras dentro de una bolsa de polietileno hermética, con el fin de conservarla sin absorción de humedad, para posteriormente medir su densidad y parámetros $L^*a^*b^*$ de color.

La medición de la densidad de cada una de las muestras obtenidas durante el experimento se realizó por medio de una variación al método estándar de la norma ASTM C 188-95. La variación a este método empezó por el uso de un matraz de LeChatelier especial, que a diferencia del tradicional, éste tenía una mayor precisión en la medida del volumen mejorando indirectamente la precisión en la densidad. Esto se logró uniendo la boca superior de una bureta con una precisión ± 0.05 ml y rango de 5ml con la parte inferior de balón de 25ml. La norma ASTM C 188-95 indica que primero se introduce una cantidad definida de querosina y luego se añade el sólido, pero debido a lo angosto del diámetro de la boca del matraz construido, el sólido quedaba adherido en la parte superior. En vez de lo anterior, se realizó al revés: se introdujo 1.0 gramo de caolín, luego gradualmente se añadió 27 ml exactos de querosina con una bureta de la misma precisión del matraz y durante lo anterior se agitó el matraz horizontalmente para favorecer la mayor mezcla posible entre el sólido y el líquido. La diferencia de volumen se calculaba con el matraz sin sólido con la misma cantidad de volumen de querosina añadido.

Las medición de las coordenadas $L^*a^*b^*$ del color de cada una de las muestras obtenidas durante el experimento se realizó de acuerdo una variación en la norma UNE 80117. Dicha variación consistió en el uso de un aglomerante al prensar la pastilla, el cual se preparó con 0.005 g de poliestireno diluidos en 15ml de tolueno y se verificó que éste no interfería en las mediciones de parámetros de color. El uso de este aglomerante de justifica en que, a diferencia del cemento, el caolín tiene poca cohesividad lo cual provoca que por sí mismo la pastilla prensada se desplome con bastante facilidad

Las impurezas pudieron ser constatadas mediante el Método de Espectrometría de Absorción Atómica (EAA), presentando para el caolín de toba triturada 20.66% y el caolín hidrotermal 31.30% en sílice (SiO_2) óxidos de hierro (Fe_2O_3), óxidos de magnesio (MgO), óxidos de sodio(Na_2O), óxidos de potasio (K_2O) y óxidos de de calcio(CaO).

Asimismo, la influencia de las variables evaluadas fue considerada en base a los análisis de varianza con un nivel de confianza al 95%, lo cuales mostraron que tanto la alteración metamórfica como la temperatura tienen un efecto significativo y relacionado en la pérdida de peso, densidad y color de los minerales calcinados (ver Tablas XVI, XVII, XVIII, XIX y XX). Como resultado de de rechazar la hipótesis nula del análisis de se halló en cuál de las medias de los efectos de cada tratamiento éstas aparecen a través de de comparaciones de parejas medias de tratamientos de Tukey.

Según estudios anteriores, la temperatura óptima de deshidroxilación es de 573°C (7), sin embargo se sabe que la reacción comienza a partir de los 370°C , a 550°C se ha obtenido un 91% de transformación y a 850°C se puede dar por obtenido metacaolín (3). En base al argumento anterior se dividieron los termogramas en 3 zonas las cuales representan: variaciones antes de la reacción (de 25 a 350°C), la reacción propiamente dicha (de 350 a 850°C) y su posterior descomposición (de 850 a 900°C). A continuación se describirán las características que tipifican a cada una de estas zonas en función de las variaciones en la pérdida de peso, densidad y color en los caolines evaluados.

Termogramas en función del peso residual

Los resultados del comportamiento del peso residual de los caolines analizados en función de la temperatura se muestran en la Tabla XII y en las Figuras 24, 28 y 38. Es notable la similitud del comportamiento descendente de los dos tipos de caolines en cuanto a la pérdida de peso desde 25 a 350°C acompañados de una velocidad baja y casi constante, con valores ligeramente mayores para el caolín de toba triturada como lo confirman la Tabla XIII y las Figuras 25, 29 y 39. Esto se interpreta como una mayor pérdida de agua intersticial del caolín hidrotermal que en el de toba triturada que se encuentra en las cavidades del material.

Luego se observa un descenso abrupto e inversión de valores a 450°C en la pérdida de peso infiriendo el inicio de la reacción de deshidroxilación en ambos caolines y una mayor pérdida de agua química para el caolín de toba triturada desde los 573°C. Lo anterior también se ve reflejado en los termogramas de razón de cambio, en los que se observa un incremento notable en dicha variable a 561.5°C con valores de 0.00602 g/°C para el caolín de toba triturada y 0.00126 g/°C para el hidrotermal.

El comportamiento de estos valores indica que cercano a 561.5°C ocurre la mayor velocidad en pérdida de agua y por lo tanto se considera como la temperatura óptima para la deshidroxilación. Estudios anteriores han comprobado que ciertos caolines al deshidroxilarse su estructura esquistica y triclinica se desploma ocasionando pérdida de agua proporcional a los hidroxilos que contiene (6). Sin embargo, el alto valor en la velocidad de pérdida de peso del caolín de toba triturada y el hecho que éste carezca de una cristalinidad en esquistos hace suponer que su pérdida de peso en la zona 2 es consecuencia de otra reacción adicional a su deshidroxilación. Otras investigaciones han demostrado que el caolín tiende a descomponerse en mullita primaria luego de la deshidroxilación (23), lo cual lleva a suponer que el caolín de toba triturada se deshidroxila y descompone de esta manera en esta zona. Apoyándose en los estudios de

F. Bergaya y otros investigadores (3) puede concluirse que el incremento en los valores de velocidad a 573°C denota una conversión a metacaolín de un 91% aproximadamente válido únicamente para el caolín hidrotermal.

Finalmente a 873°C en los termogramas de ambos caolines se observa una segunda declinación, más leve que la anterior, con una pérdida de peso de 88.05% para el caolín hidrotermal y de 90.28% para el de toba triturada. Sin embargo dichos valores no llegan al valor de pérdida estequiométrica, de 86.04%, ya que el 16.6% representa el porcentaje teórico de agua en este mineral, demostrando así la presencia de impurezas en la muestra. En base al análisis químico inicial de los caolines, el menor valor de pérdida de peso al que puede llegar el caolín de toba triturada es 87.58% y 90.24% para el caolín hidrotermal (Ver Apéndice 4 Anexos). Asimismo es apreciable un ligero incremento en la razón de cambio para ambos minerales, lo cual confirma, según la investigación de F. Bergaya (3), el fin de la deshidroxilación del caolín hidrotermal a aproximadamente 850°C y el inicio una nueva etapa de reacciones de descomposición. Según los trabajos de W. Proctor (15) y J. Alarcón (23) es posible afirmar que la zona 3 de los termogramas observados corresponden a reacciones de descomposición en mullita primaria para el caolín hidrotermal, y mullita secundaria para el de toba triturada, lo cual ocasiona valores de pérdida de peso inferiores con un ligero incremento en su velocidad.

A pesar de la similitud de comportamientos de la pérdida de peso en ambos caolines, el análisis estadístico demuestra que la alteración metamórfica influye para que existan diferencias significativas entre ellos, con un nivel de confianza del 95%. Las excepciones a dichas diferencias ocurren a 280 y 550°C, temperaturas que según los termogramas observados, corresponden a puntos de inflexión e inversión de valores de pérdida de peso.

Termogramas en función de la densidad

Para estudiar el comportamiento de posibles cambios en la estructura cristalina de los caolines se midió la densidad absoluta (g/cm^3) de cada una de las muestras según variación al método ASTM C 188-95 y el resultado fue el grupo de termogramas que se muestran en las Figuras 26, 30 y 40. Así como las notables zonas de comportamiento de los termogramas de pérdida de peso denotan las diferentes etapas de la conversión de ambos caolines a metacaolín, el aumento gradual en los valores de densidad también lo permiten y demuestran que éstos sufren diferente arreglo cristalino a lo largo de su deshidroxilación en las mismas zonas.

En relación a los termogramas de densidad del caolín de toba triturada se observa que en la zona 1 de la Figura 26 y 27 dicha variable aumenta considerablemente acompañada de un proporcional aumento en su razón de cambio hasta los 350°C . Teóricamente se sabe que esta primera fase corresponde una desecación de agua intersticial y por lo tanto es correcto afirmar que la estructura cristalina del caolín de toba se desploma sin haber reaccionado. En la segunda y tercera zona del termograma la densidad se estabiliza en un valor promedio de 2.87 g/cm^3 , indicando un rápido escape de los hidroxilos del caolín y descomposiciones posteriores mientras su cristalinidad se mantiene constante. La estabilidad en los valores de densidad lo comprueban las pruebas de Tukey (ver Tabla XXVII) lo cual hace suponer que el valor promedio entre de dicha variable se prolonga a temperaturas superiores de 900°C .

Por su parte, la densidad en los termogramas del caolín hidrotermal (ver Figura 30 y 31) al igual que para el caolín de toba, muestra proporcionalidad respecto la temperatura y zonas en la que su valor permanece constante; sin embargo, las Figuras 40 y 41 hacen evidente ciertas diferencias entre ambos caolines. La tendencia individual de la densidad para el caolín hidrotermal empieza con un aumento leve en su valor hasta 350°C de 2.293 g/cm^3 a velocidad constante con un valor promedio de 0.00014 g/cm^3 . Luego en

la segunda zona se observan dos tipos de comportamientos: el primero corresponde a un incremento en los valores de densidad desde 350 a 500°C y el segundo a una fase de estabilización de dicha variable hasta 773°C. Estos tipos de comportamiento se interpretan como las etapas en las que ocurre la reacción de deshidroxilación del caolín hidrotermal. En la primera etapa se observa un aumento en la densidad acompañado de descenso en la pérdida de peso, lo cual indica que la estructura cristalina se desploma perdiendo parte de sus hidroxilos. La segunda etapa comienza en una estabilidad en el valor de la densidad con un valor máximo en su razón de cambio, pero el simultáneo descenso en la pérdida de peso expresa claramente la existencia un producto intermedio en que el caolín semi-hidroxilado y compacto termina de perder el agua contenida, obteniendo así metacaolín cerca de 800°C. Asimismo, el hecho que el caolín pierda sus hidroxilos conservando la misma estructura cristalina que cuando tenía parte de ellos hace suponer que el metacaolín formado conserva cierta cristalinidad, lo cual coincide con los resultados de los estudios de de F. Bergaya (3).

En la tercera zona del termograma de densidad para el caolín hidrotermal se observa un incremento en la compactación del material con un notable incremento en su razón de cambio (ver Figura 31) desde 800°C a 900°C, temperaturas a las que aún sigue perdiendo peso (ver Figuras 31 y 28.). Las observaciones anteriores confirman nuevamente una reacción posterior a la deshidroxilación de descomposición causando una reacomodación cristalina y por ende variaciones en la densidad del caolín evaluado.

Comparando la variación de la densidad respecto la temperatura en ambos caolines (ver Figura 40) puede observarse el contrastante y rápido ascenso de valores de densidad por el caolín de toba triturada comparado con el hidrotermal, reflejando valores altos de la velocidad de densidad respecto de la temperatura, 0.00315 y 0.00229g/cm³°C a 235°C y 400°C respectivamente. Esto se indica nuevamente la posibilidad de una rápida deshidroxilación en el caolín de toba triturada y un mecanismo de reacción con un compuesto intermedio en la deshidroxilación del caolín hidrotermal. La marcada

diferencia de comportamientos las variaciones de compactación en ambos minerales demuestra claramente que el tipo de alteración metamórfica influye de manera significativa en la reacción de deshidroxilación del caolín y sus productos.

Termogramas de las coordenadas del color $L^*a^*b^*$

Debido a que el color lejos de ser una propiedad física es más bien una manifestación química de los cambios en la estructura cristalina del material, no puede tratarse sus termogramas individualmente. Asimismo, la sencillez y rapidez de medición de color comparado con la de la pérdida de peso y densidad, permiten ubicar en sus termogramas cambios que tipifiquen ciertos comportamientos.

En las Figuras 32 a 37 puede apreciarse el comportamiento de cada variable de manera individual respecto a la temperatura de deshidroxilación y la visualización de las mismas. Se observa en las Figuras 32, 34 y 36 que el caolín de toba pasa de tonos blancos, luego por grises claro y finalmente termina en rosados; mientras que para el caolín hidrotermal en las Figuras, 33, 35 y 37 empieza con tonos beige, luego por grises oscuros y, al igual que el de toba, también termina en tonos rosados.

Observando los termogramas de color del caolín de toba triturada resalta un descenso de la coordenada L^* desde la temperatura ambiente hasta 450°C, momento en el cual ocurre el abrupto descenso de pérdida de peso y el comienzo de la zona de estabilidad en el valor de la densidad del material. Esto indica claramente que el descenso de luminosidad en el mineral marca el final de la pérdida de agua por hidratación en las cavidades del material y el inicio de reacciones posteriores. Seguido del anterior descenso, se observa un incremento en el valor de la luminosidad hasta 800°C con un valor interpolado de 87.3, tipificando el final de la zona de deshidroxilación y descomposición del caolín de toba triturada. Finalmente las pruebas de Tukey (ver Tabla XXVIII) demuestran que es apreciable una estabilización de los valores de L^* desde 800

a 900°C al no hallarse diferencias significativas entre ellos, demostrando así que la luminosidad tenderá a permanecer constante en la descomposición de este material a mullitas secundarias.

Las variaciones de las coordenadas a^* y b^* para ambos caolines, en las Figuras 34, 35, 36 y 37, poseen más incertidumbre que la coordenada L^* y por lo tanto resulta más difícil hacer conclusiones sobre dichos comportamientos a lo largo de la calcinación. Sin embargo es posible apreciar en dichas gráficas que se manifiesta una tendencia ascendente y proporcional a la temperatura visualizando así una muestra con tonalidades ligeramente azules a rojos por parte de a^* y cada vez más amarillas por b^* .

En la Figura 34 se observan valores consecutivos de estabilidad en el valor de a^* que las pruebas de Tukey (ver Tabla LXVII) lo confirman, los cuales no coinciden con las fases preestablecidas en las que se transforma el caolín pero se ubican en las partes intermedias de dichas fases. En primer lugar, es apreciable la estabilización a un valor promedio de -0.219 durante las temperaturas 280, 350 y 450°C; tipificando así el comienzo de las reacciones de deshidroxilación y de descomposición a mullitas primarias del caolín de toba. Luego en las temperaturas 673, 773 y 873°C la coordenada a^* se mantiene constante en un valor promedio de 1.956; identificando a esta región como el cambio a su segunda descomposición en mullitas secundarias.

Por otro lado, el termograma de la Figura 36, que muestra las variaciones de b^* respecto la temperatura, tiene patrones similares al comportamiento de la coordenada L^* discutido anteriormente. Las similitudes observadas se basan en la ubicación de zonas de estabilidad que efectivamente coinciden con las fases de transformación del caolín por calentamiento controlado, la cual comienza con valor constante promedio de 7.741 de 25 a 350°C, confirmado mediante las pruebas de Tukey en la zona 1 (ver Tabla XXX). Luego, en la zona 2 se aprecian dos tipos de tendencia: un ascenso de 350 a 573°C y luego una estabilidad en el valor de b^* hasta 773°C. Lo anterior a diferencia de todos los

demás termogramas identifica claramente las dos reacciones que ocurren en el caolín de toba en este rango de temperaturas; el incremento en la coordenada b^* corresponde a la reacción de deshidroxilación finalizando a 573°C ; para luego rápidamente descomponerse en mullitas primarias hasta 773°C en un valor promedio de igual a b^* de 13.687. Finalmente se observa un pequeño incremento en b^* hasta 900°C indicando la posterior descomposición del caolín de toba en mullita secundaria.

Según la gráfica en la Figura 33, la luminosidad del caolín hidrotermal se comporta de manera similar a la de toba triturada, con descenso mucho mayor de 59.05 a 350°C , reflejando de esta manera una relación directa entre lo oscuro del material y la pérdida de agua intersticial del mismo. En la zona 2 (350 a 800°C) de este termograma se observa un similar ascenso en los valores de L^* , como en el caolín de toba, coincide con la reacción de deshidroxilación pero no en su descomposición. Las pruebas de Tukey de la Tabla XXXIII demuestran que no hay diferencias significativas en los valores de luminosidad en la tercera y última zona, indicando así que la estabilidad de dicha variable refleja el comienzo de las reacciones de descomposición a mullitas primarias.

La gráfica de Figura 35, cuyo termograma representa la variación de a^* respecto la temperatura del caolín hidrotermal, tiene un comportamiento similar al anterior, en donde ciertas zonas de estabilización coinciden con las fases de transformación del mineral. En la zona 1 las pruebas de Tukey (ver Tabla LXXII) confirman un valor promedio de 0.939 desde 25 a 190°C , indicando que la estabilidad en dicha variable en este rango de temperaturas corresponde a la pérdida de agua intersticial del caolín hidrotermal. Luego en la segunda zona, son apreciables dos “mesetas” en las que a^* se estabiliza en distinto valor promedio; la primera: de 280 a 450°C con una media de 2.927 y la segunda: de 550 a 773°C con otra media de 4.723. Lo anterior se interpreta como las fases de conversión a metacaolín del mineral inicial, al 73% y 91% respectivamente. Finalmente se observa un pequeño ascenso en la coordenada a^* pero sus respectivas incertidumbres dan como consecuencia que las pruebas de Tukey demuestren que dichos

valores formen parte de la anterior zona. Del comportamiento anterior puede inferirse que la estabilidad en los valores de a^* alrededor de 4.723 es indicio del final de la reacción de deshidroxilación y su descomposición en mullitas primarias.

Expresiones matemáticas empíricas de la pérdida de peso y densidad en función de las coordenadas $L^*a^*b^*$ del color

En la tabla Tabla XV se pueden observar cuatro expresiones matemáticas que son la relación de la pérdida de peso y densidad en función de las coordenadas del color $L^*a^*b^*$ de las muestras calcinadas, tres por cada tipo de caolín. Debido a la sencillez y rapidez de medición de color comparado con la de la pérdida de peso y densidad, estos modelos permiten obtener un valor de dichas variables físicas en un tiempo relativamente menor a partir una ecuación polinomial de orden 3.

CONCLUSIONES

Para el caolín de toba triturada

1. La zona 1 (25 a 350°C) de los termogramas para el caolín de toba se caracterizan por descenso leve en la pérdida de peso a velocidad constante e incremento en la densidad alcanzando en su máxima velocidad, 0.315 g/cm³°C, indicando así la desecación de agua intersticial en dicho mineral.
2. Las coordenadas del color en el sistema CIE- $L^*a^*b^*$ para el caolín de toba triturada tipifican la pérdida de agua interna que ocurre desde 25 a 350°C con descenso en los valores de L^* y valores constantes en a^* y b^* .
3. Las reacciones de deshidroxilación y descomposición en mullitas primarias del caolín de toba triturada, se identifican en la zona 2 (350 a 800°C) de los termogramas respectivos mostrando, un rápido descenso en la pérdida de peso en 561°C a 0.00602g/°C y alcanzando un valor de estabilización máximo en la densidad de 2.87 g/cm³ interpretándose como una cristalinidad constante a lo largo de este proceso.
4. A diferencia de las variaciones en la pérdida de peso y densidad, las coordenadas del color en el sistema CIE- $L^*a^*b^*$ para el caolín de toba triturada identifican por separado las rápidas reacciones de deshidroxilación y descomposición a mullitas primarias, con incremento de b^* de 350 a 573°C y luego una zona de estabilidad intermedia en un valor promedio de 13.687 respectivamente.

5. La tercera y última zona de los termogramas correspondientes al caolín de toba triturada denota un ligero descenso en la pérdida de peso a velocidad constante y otro pequeño aumento en la densidad con un proporcional incremento en su razón de cambio, interpretándose como el inicio de una segunda reacción de descomposición del mineral a mullitas secundarias.

Para el caolín hidrotermal

6. El caolín hidrotermal presenta su mayor velocidad de pérdida de agua en la zona de desecación, con un incremento leve en su densidad alrededor desde 25°C a 350°C a velocidad constante en un valor promedio de 0.00014g/cm³°C indicando así una mayor cantidad de agua intersticial inicial que la contenida por el caolín de toba triturada sin afectar su estructura cristalina.
7. Los termogramas de color del caolín hidrotermal demuestran que la estabilidad en los valores de a^* y b caracterizan el inicio de su desecación mientras el valor mínimo de L^* a 350°C define el final de esta fase de transformación.
8. .En la zona 2 (350 a 800°C) de los termogramas del caolín hidrotermal se tipifica la deshidroxilación a metacaolín del mineral con un rápido descenso en la pérdida de peso a 561.5°C, 0.00126g/°C, un incremento en los valores de densidad desde 350 a 500°C para luego estabilizarse en un promedio de 2.861g/cm³.
9. La presencia de dos “mesetas” en el termograma de a^* , 280 a 450°C y 550 a 773 °C identifican fases de conversión a metacaolín del mineral hidrotermal inicial, al 73% y 91% respectivamente.
10. El caolín hidrotermal presenta de 800 a 900°C una ligera pérdida de peso y aumento en su densidad acompañado de un incremento en las razones de cambio

interpretándose como el inicio de reacciones de descomposición a mullitas primarias de este mineral.

11. Las coordenadas del color en el sistema CIE- $L^*a^*b^*$ para el caolín hidrotermal tipifican su descomposición en mullitas primarias de 800 a 900°C con una estabilización en los valores de L^* y a^* con un valor promedio de 87.642 y 4.723 respectivamente.
12. El análisis de varianza con un nivel de confianza al 95% demostró que tanto la alteración metamórfica como la temperatura tienen un efecto significativo y relacionado en la pérdida de peso, densidad y color de los minerales calcinados

RECOMENDACIONES

1. Evaluar las mismas propiedades fisicoquímicas tratadas en este estudio, pérdida de peso, densidad y color con caolines obtenidos de distintas regiones de Guatemala.
2. Correlacionar la densidad del caolín calcinado entre 550 y 850°C con su correspondiente estructura cristalina caracterizadas por técnicas convencionales de difracción de rayos X
3. Evaluar el Índice Puzolánico según norma ASTM C311 del metacaolín obtenido entre 550 y 850°C el efecto de la cantidad añadida a la mezcla, tiempo de residencia de calcinación, tipo y origen de caolín original, a través de análisis termogravimétricos y ensayos físico-mecánicos
4. Realizar un estudio de la descomposición del metacaolín, a través del tiempo, evaluando su Índice Puzolánico según norma ASTM C311 a corto, mediano y largo plazo y así obtener como resultado un tiempo de vida óptimo para este aditivo.
5. Para futuros estudios es importante la evaluación del comportamiento de las razones de cambio de parámetros específicos que evidencian las zonas en la que la deshidroxilación del caolín ocurre con un grado de transformación mayor.

REFERENCIAS

1. A. Shvarzman y otros. "Influence of chemical and phase composition of mineral admixtures on their pozzonanic activity", **Advances in cement research** 13(1):1-7. 2001.
2. **Anual book of ASTM standards**. (Section 04 Construction, Volume 04.01 cement; lime; gypsum) Estados Unidos: American Society for Testing and Materials, 1997. 608pp.
3. Bergaya, Faïza y otros.. "TEM study of kaolinite thermal decomposition by controlled-rate thermal analysis", **Journal of material science**, (31): 5069-5075. 1996.
4. Bilimoria, Bomi y otros. **Method of improving handlebility of calcined kaolin clay products, It CI B02C 21/00, No. 814644, Dic 1985**. Estados Unidos: United States Patent Organization. 1987. 10 pp.
5. C. Belver y M. A. Vicente. "Materiales con propiedades tecnológicas obtenidos por modificación química de un caolín natural", **Boletín de la sociedad española de cerámica y vidrio**, (43):148-154. 2004.
6. David J. Hobbs y otros. "All-atom ab initio energy minimization of the kaolinite crystal structure", **American mineralogist magazine**, (82):657-662. 1997
7. Departament of Earth Sciences, University of Cambridge. "The kinetics of dehydroxylation of kaolinite", **Clay minerals magazine**, (22):447-456. 1987
8. G. W. Brindley y K. Hunter. "The thermal reactions of nacrite and the formation of metakaolin, γ -alumina, and mullite", **Mineralogical magazine**, (30):574-584. 1955.

9. Juan Camilo Restrepo Gutiérrez y otros, “Efectos de la adición de Metacaolín en el cemento Pórtland”, **Revista de la Facultad de Minas Universidad Nacional de Colombia sede Medellín**, (73):150-157. 2006.
10. J. Torres y otros. “Efecto de tratamiento de un caolín en la permeabilidad a cloruros en morteros”, **Materiales de construcción**, 57(285):61-69. 2006.
11. Mathur, Sharad y otros. **Manufacture of improved metakaolin by grinding and use in cement – based composites and alkali-activated systems, Int CI C04B 33/00, No. WO 01/40135 A2, Nov 2000**. Estados Unidos: World Intellectual Property Organization. 2001. 22pp.
12. National Ready Mixed Concrete Asociation, “Adiciones al Cemento”, **El concreto en la práctica ¿qué, por qué y cómo**, (1): 30-35. 1998.
13. Norma UNE 80117:2001, Métodos de ensayo de cementos. Ensayos físicos. **Determinación del color en los cementos blancos**. Abril 2001
14. Ochaeta Paz, Karen Elisa. Análisis de las curvas termogravimétricas (640 mm Hg) para el estudio de la calcinación de tres calizas con diferente contenido de magnesio en función de la densidad utilizando el método ASTM C 188-95. Trabajo de graduación Ing. Química Guatemala, Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2004. 94 pp.
15. Proctor, William J. y otros. **Calcined clay products, US CI 162/181, No. 656198**, May 1957. Estados Unidos: United States Patent Organization. 1961. 18 pp.
16. Ruby M. de Gutiérrez y R. Talero Morales. “Una nueva puzolana para materiales cementicios de elevadas prestaciones”, **Materiales de construcción**, 50(260):5-13. 2000.
17. Salisbury Dana, Edward. **Tratado de mineralogía**. 4ª ed. México: Compañía Editorial Continental. 1995. 787 pp.

18. Samayoa Curiales, Marvin Estuardo. Análisis comparativo de cales hidratadas provenientes de los procesos de manufactura de calizas de alto calcio y de la producción de acetileno mediante el análisis de termogravimetría (TGA). Trabajo de graduación Ing. Química Guatemala, Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2005. 82 pp.
19. Smiley, William D. y otros. **Method of producing metakaolin, It CI C04B 33/04, No. 800620, Feb 1997**. Estados Unidos: United States Patent Organization. 1998. 8pp.
20. Vian Ortuño, Ángel. **Introducción a la química industrial**. 2ª Edición. España: Editorial Reverté. 1999. 316 pp.
21. Walpole, Ronald. **Probabilidad y estadística para ingenieros**. 3ª ed. México: Nueva Editorial Interamericana, 1987. 796 pp.
22. Willard, Hobart. **Instrumental methods of analysis**. 7ª edición. Estados Unidos: Wodsworth Publishing Company. 1990. 786 pp.

Referencias Electrónicas

23. Alarcón, Javier. Universidad de Valencia, Unidad de investigación en materiales cerámicos y vítreos. **Cerámica blanca: porcelanas**. Consultado el 7 de agosto de 2008.
Disponible en <http://www.uv.es/uimcv/Castellano/ModuloMatCericos/Unidad%201.pdf>
24. Encyclopedia of chemistry, Information service. **Metakaolin**. Consultado el 5 de agosto de 2008.
Disponible en <http://www.chemie.de/lexikon/e/Metakaolin>

25. García Romero, Emilia y Suárez Barrios, Mercedes. Universidad Complutense, Universidad de Salamanca. **Las arcillas: propiedades y usos.**
Consultado el 13 de agosto de 2008.
Disponible en <http://www.uclm.es/users/higueras/yymm/Arcillas.htm#introd>
26. Gribaja, Juan José. Análisis y comunicación de datos cuantitativos. **Selección de variables cuantitativas en la regresión.**
Consultado el 27 de agosto de 2009.
Disponible en <http://jgibaja.wordpress.com/2007/10/23/seleccion-de-variables-explicativas-en-la-regresion/>
27. Grieg, Wolfgang y Griem-Klee, Susane. Universidad de Atacama Copiapó, Apuntes de geología general. **Ambientes sedimentarios, la meteorización.**
Consultado el 9 de julio de 2009.
Disponible en <http://www.geovirtual.cl/geologiageneral/ggcap05-2.htm>
28. Howard, Darcy y Howard Mike. Universidad de Sonora, Departamento de geología. **Introducción a la Cristalografía y Sistemas Cristalinos.**
Consultado el 28 de agosto de 2008.
Disponible en <http://www.geologia.uson.mx/academicos/palafox/PARTE1DEF.HTM>
29. Martínez, Luis Romaní. Asociación de Enseñantes de Ciencia de Galicia. **Calorimetría y análisis térmico.**
Consultado el 2 de septiembre de 2008.
Disponible en <http://www.enciga.org/boletin/56/Calorimetria.pdf>
30. Makshev, Victor. Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Departamento de geología. **Alteración hidrotermal.**
Consultado el 8 de septiembre de 2008
Disponible en <http://www.cec.uchile.cl/~vmakshev/ALTERACION.pdf>
31. Méndez Estébanez y otros, Universidad de Málaga, Tratamiento digital de la imagen. **Coordenadas del color.**
Consultado el 18 de julio de 2009.
Disponible en: [http://www.ieev.uma.es/tdi/www_netscape/TEMAS/Tdi_02/index7.php#7.3 Modelo CIELAB](http://www.ieev.uma.es/tdi/www_netscape/TEMAS/Tdi_02/index7.php#7.3%20Modelo%20CIELAB)

32. Pastrana, Santiago. Geografía esencial. **Meteorización química.**
Consultado el 9 de julio de 2009.
Disponible en: <http://club.telepolis.com/geografo/geomorfologia/alteraci.htm>
33. Universidad Autónoma de Baja California, Instituto de Investigaciones Oceanológicas, División de geoquímica ambiental. **Geoquímica de sedimentos, Capítulo 2: Arcillas.**
Consultado el 28 de agosto de 2008.
Disponible en: http://iio.ens.uabc.mx/Curso%20Internet%20Miguel%20Angel/2_Arcillas/Arcillas.htm
34. Universidad Autónoma de México, Colegio de Ciencias y Humanidades, Plantel Vallejo. **Naturaleza química y mineralógica de las partículas de suelo.**
Consultado el 14 de agosto de 2008.
Disponible en <http://www.sagan-gea.org/hojaredsuelo/paginas/27hoja.html>
35. Universidad de Theran Iran, Facultad de Ingeniería Civil, Instituto de Materiales de Construcción. **Materiales cementicios suplementarios.**
Consultado el 18 de julio de 2009.
Disponible en <http://cmi.ut.ac.ir/ResearchInt.aspx>
36. Poblete, Víctor. Comisión Chilena de Energía Nuclear. **Análisis térmicos.**
Consultado el 3 de septiembre de 2008.
Disponible en <http://cabierta.uchile.cl/revista/5/elpasolita1.htm>

BIBLIOGRAFÍA

1. Burden, Richard L. **Análisis numérico**. 6^a ed. México. Editorial Thomson, 1998. 812pp.
2. Cochran, William. **Diseños experimentales**. 2^a ed. México: Editorial Trillas, 1987. 825pp.
3. Huber Corporation. **Kaolin clays and their industrial uses**. 5^a ed. New York Huber, 1995. 214 pp.
4. Ochaeta Paz, Karen Elisa. Análisis de las curvas termogravimétricas (640 mm Hg) para el estudio de la calcinación de tres calizas con diferente contenido de magnesio en función de la densidad utilizando el método ASTM C 188-95. Trabajo de graduación Ing. Química, Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2004. 94 pp.
5. Samayoa Curiales, Marvin Estuardo. Análisis comparativo de cales hidratadas provenientes de los procesos de manufactura de calizas de alto calcio y de la producción de acetileno mediante el análisis de termogravimetría (TGA). Trabajo de graduación Ing. Química, Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2005. 82 pp.
6. Salisbury Dana, Edward. **Tratado de mineralogía**. 4^a ed. México: Compañía Editorial Continental. 1995. 787 pp.
7. Skoog, Donal y West, D. **Química analítica**. 7^a ed. México: McGraw-Hill Interamericana, 2001. 795pp.
8. Vogel, Arthur. **Química analítica cualitativa**. 5^a ed. Argentina: Editorial Kapelusz, 1969. 634 pp.

9. Taylor, Richard James. Treatment of metakaolin, Int Cl C01B 33/40, No. WO 2005/108295 A1, May 2005. Estados Unidos: World Intellectual Property Organization. 2005. 24pp.

Bibliografía electrónica

10. Ministerio de Energía y Minas, Dirección General de Minería. Arcillas.
Consultado el 14 de agosto de 2008.
Disponible en <http://www.minem.gob.pe/archivos/dgm/publicaciones/public03/arcillas.htm>
11. Piedras decorativas. Producción de caolín en México.
Consultado el 10 de agosto de 2008.
Disponible en: http://www.piedrasdecorativas.cl/produccion_caolin_mexico.htm
12. Servicio Geológico Minero Argentino. Usos y especificaciones del Caolín.
Consultado el 11 de agosto de 2008.
Disponible en http://www.segemar.gov.ar/P_Oferta_Regiones/Oferta/Caol%C3%ADn/Usos%20y%20especificaciones/

ANEXOS

1. Métodos estándar utilizados

1.1 Método estándar para la determinación de densidad del cemento hidráulico, norma ASTM C 188-95

Modificación de la adaptación por parte de la norma COGUANOR NGO 41 0032 H2 (Febrero 1982):

OBJETO

Esta norma tiene por objeto la determinación de la densidad absoluta de los cementos hidráulicos.

DEFINICIONES

Densidad absoluta de cementos hidráulicos: Es la masa de la unidad de volumen de los sólidos.

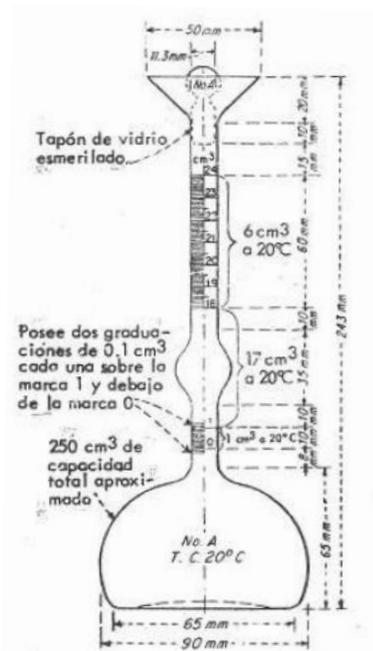
REACTIVOS O MATERIALES

- **Querosina libre de agua, o nafta.** Con una densidad relativa no menor de 0.731 a 15°C/15°C.

EQUIPO DE MEDICIÓN DE DENSIDAD

- **Balanza analítica.** Precisión. Sensibilidad 0.1 mg.
- **Frasco volumétrico de Le Chatelier.** El frasco volumétrico de Le Chatelier debe cumplir, esencialmente, en cuanto a forma y dimensiones, con los requerimientos que se detallan en la siguiente figura.

Figura 46. Matraz de LeChatelier



Los requisitos en cuanto a tolerancia, inscripción, longitud, espaciamiento y uniformidad de las graduaciones deben ser observados estrictamente. Debe haber un espacio de por lo menos 10 mm entre la marca de graduación más alta y el punto inferior de la parte esmerilado, del tapón de vidrio. El cuello debe estar graduado de 0 a 1 cm³ y de 18 a 24 cm³, con subdivisiones de 0.1 cm³, de manera que permita la lectura de volumen con un error no mayor de 0.05 cm³.

Cada frasco debe llevar un número de identificación permanente, lo mismo que el tapón esmerilado, pero solo en el caso de que este último sea intercambiable con otros tapones. Las partes de vidrio esmeriladas intercambiables deben marcarse ambas con el símbolo S, seguido de la designación por tamaño. La temperatura de calibración debe indicarse y las unidades de capacidad deben señalarse con la expresión “cm³” colocada arriba de la marca de graduación más alta.

Nota: El frasco está diseñado para garantizar el drenaje completo de este cuando es vaciado, su estabilidad cuando se coloca sobre una superficie nivelada, así como también su exactitud y precisión en la lectura.

Pueden usarse equipos y métodos alternativos par la determinación de la densidad, siempre que un mismo operario pueda obtener los valores que estén dentro + 0.03 g/cm³ de los resultados obtenidos usando el método del frasco de Le Chatelier.

- **Embudos.** Dos embudos de vidrio, uno de tubos largos para líquidos y otro de tubo corto para el cemento.
- **Termómetro.** Un termómetro graduado en décimas de grado centígrado.
- **Baño termorregulador.** Un baño termorregulador que debe ser mantenido a una temperatura constante. La temperatura del baño no debe variar en + 0.1°C durante el ensayo.
- **Instrumental de laboratorio.**

PROCEDIMIENTO OPERATORIO

1. La densidad absoluta del cemento se determina con el material tal y como se recibe, a menos que se estipule algún tratamiento previo de la muestra.

2. Se agrega al frasco de Le Chatelier uno de los líquidos mencionados en 3.1, hasta alcanzar un nivel comprendido entre las marcas 0 y 1cm³, y se seca la pared interior del frasco que queda por encima del nivel del líquido. Se sumerge el frasco en un baño termorregulador y, en el momento que este ha alcanzado la temperatura del baño, se toma la primera lectura del nivel del líquido en el frasco, después de lo cual se saca del baño.
3. Se pesa exactamente una cantidad determinada de cemento (64 g para cemento Pórtland) y se añade en pequeños incrementos al frasco, cuidando que tanto el frasco como el líquido estén a temperatura ambiente. Deben evitarse las salpicaduras y debe observarse que no haya cemento adherido a las paredes interiores del frasco, sobre el nivel del líquido. Puede usarse un aparato vibrador para acelerar la introducción del cemento en el frasco y evitar que este se pegue al cuello del mismo.
4. Después de que todo el cemento ha sido añadido, se tapa el frasco y se hace rodar en una posición inclinada o se gira suavemente en un círculo horizontal hasta que al colocarlo en posición vertical, dejen de aparecer burbujas de aire en la superficie del líquido. Si se ha agregado la cantidad apropiada de cemento, el nivel del líquido debe quedar en un punto situado entre los valores 18 y 24 cm³.
5. Se sumerge nuevamente el frasco en el baño termorregulador, y una vez alcanzado el equilibrio de temperatura, se realiza la lectura final; el frasco debe sumergirse en el baño de temperatura constante por períodos de tiempo suficientemente largos a fin de evitar que haya variaciones de temperatura mayores de 0.2°C, entre las lecturas inicial y final.
6. La diferencia entre las lecturas inicial y final representa el volumen del líquido desplazado por la masa de cemento usada en la determinación. Luego el ensayo debe realizarse en duplicado.

EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

La densidad absoluta de los cementos hidráulicos se expresa en gramos por centímetro cúbico, y se calcula por medio de la siguiente fórmula:

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Donde:

ρ = densidad absoluta del cemento, en g/cm³.

m = masa del cemento ensayado, en g

V = volumen de cemento utilizado en el ensayo, determinado por la diferencia entre las lecturas, inicial y final en el frasco, en cm³.

La densidad absoluta se calcula con tres cifras decimales y, luego, se redondea al más cercano 0.01 g/cm³.

CORRESPONDENCIA

Para la preparación de la presente norma se han tenido en cuenta las normas de la American National Standards Institute y de la American Society for Testing and Materials ANSI / ASTM C 188 – 95 Standard Test Method for Density of Hydraulic Cement, con la cual coincide.

Fuente: American Society for Testing and Materials, **Anual book of ASTM standards. (Section 04 Construction, Volume 04.01 cement; lime; gypsum)**. Pág. 306

1.2 Método estándar para la determinación de color en cementos blancos, ensayos físicos, métodos de ensayo de cementos, norma UNE

OBJETO

Esta norma tiene por objeto fijar el método de ensayo para determinar el color en los cemento considerados comercialmente blancos, según se describe en la Norma UNE 80305:2001, tomando como punto de partida los valores tri-estímulos XYZ obtenidos mediante cualquier instrumento espectrofotómetro o colorímetro tri-estímulo, siempre y cuando se cumplan los requisitos de precisión fijados para el mismo.

NORMAS PARA CONSULTA

UNE-EN-196.2 – Métodos de ensayo de cementos Parte 2: Análisis químico del cemento

UNE 80305 – Cementos blancos

FUDAMENTOS DEL MÉTODO

El método se basa en la medición por comparación de la energía radiante de un haz de luz después de haber sido reflejado por la muestra a caracterizar con la energía radiante de un haz de luz similar, una vez ha sido reflejado por un patrón de referencia.

El objetivo es medir el factor de reflectancia de la muestra para cada longitud de onda de las radiaciones que componen el espectro visible (entre 380 nm y 780 nm), utilizando estas medidas para calcular los valores tri-estímulo correspondientes al color de la misma.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA DE CEMENTO

La muestra de cemento blanco para este ensayo se prepara del mismo modo para análisis químico de los cementos, definido en la Norma UNE-196-2

PATRONES

- **Patrón primario.** Se considera como tal el difusor reflectante recomendado por CIE y definido como el difusor uniforme con una reflectancia espectral igual a la unidad para todas las longitudes de onda.
- **Patrón secundario o “blanco”.** Ya que el patrón primario no tiene existencia práctica, se toma como patrón secundario para calibrado de una tableta, prensada con ayuda de una prensa de polvo de sulfato de bario de calidad “patrón blanco de colorimetría”, del que se deben conocer las reflectancias espectrales $\rho_{h/12\lambda}$ o los factores de reflectancia espectral $R_{45/\theta\lambda}$ para varias longitudes de onda medida usando una técnica de medida absoluta. El patrón primario debe presentar como condición esencial una superficie uniforme, plana, limpia y mate. El patrón de blanco se puede emplear para calibrar patrones de trabajo (placas cerámicas) pero también es posible utilizarlo en calidad de patrón de trabajo.
- **Patrones de trabajo.** Las placas patrón suministras por los fabricantes de los equipos de medida son aceptables siempre y cuando estén calibradas o certificadas respecto al patrón primario o secundario y estén fabricadas a partir de materiales estables y duraderos tales como vidrios opalescentes, vitrolita o cerámica.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

La prensa de preparación de muestras puede ser automática o manual (por ejemplo, de rosca de tornillo) diseñada para la preparación reproducible de muestras prensadas de polvo. El polvo colocado en un anillo metálico, se debe presionar contra una superficie plana, limpia y mate como la que proporciona un cristal deslustrado. La presión ejercida de ver tal que proporcione una densidad de 2g/cm^3 aproximadamente, para la tableta patrón de blanco de SO_4Ba y de 1.8g/cm^3 aproximadamente, para la tableta de muestra de cemento.

El diámetro de la pastilla obtenida debe ser tal que su superficie sea mayor que la apertura de medición del dispositivo de medida del color con el fin de evitar que el anillo metálico sobre el que se monta la muestra provoque errores en los resultados. Así mismo la superficie de la pastilla debe quedar perfectamente enrasada con la superficie del anillo metálico de soporte para evitar errores en la medición. El espesor de la pastilla deber ser tal que garantice su opacidad y nunca menor de 5 mm.

EQUIPO DE MEDICIÓN DE COLOR

- **Espectrofotómetro. Equipo de referencia.** Espectrofotómetro equipado con una esfera integradora y/o con otras geometrías (por ejemplo, d/8 ó 45/O o equivalentes), iluminación proporcionada por una lámpara de Xenón de arco o de alta presión y de con la posibilidad de efectuar los cálculos para el iluminante C y el observador estándar 2° (condiciones de referencia) y las condiciones alternativas.
- **Colorímetro. Equipo alternativo.** Alternativamente se podrán emplear colorímetros tri-estímulos con geometría d/8 ó 45/, con la posibilidad de efectuar los cálculos para el iluminante C y el observador estándar 2° (condiciones de

referencia) y condiciones alternativas. En el caso de utilizar tri-estímulos, se debe verificar antes de su uso que se obtienen valores equivalentes a los obtenidos con los equipos de referencia.

CONDICIONES DE ENSAYO

Las condiciones de referencia del método de ensayo se aplicarán con un iluminante C y un observador estándar de 2°. Se pueden utilizar otros iluminantes y observadores como condiciones alternativas (por ejemplo D65 y/o 10°C), siempre y cuando los resultados se establezcan respecto a las condiciones de referencia.

PROCEDIMIENTO OPERATORIO

1. Se prepararán 3 muestras de cemento blanco teniendo siempre la precaución de utilizar el mismo sistema para el patrón blanco de calibración y para las muestras de cemento a ensayar.
2. Se procede al calibrado del equipo de medición del color siguiendo las instrucciones del fabricante del mismo y utilizando los valores del factor de reflectancia espectral del patrón de calibración de blanco o los correspondientes valores de factor de reflectancia del patrón de trabajo obtenidos por calibración respecto al patrón de calibración de blanco.
3. Una vez calibrado el equipo a utilizar y siguiendo las instrucciones del fabricante se realiza una determinación de los valores tri-estímulos XYZ sobre cada una de las tres preparaciones de la muestra. Los valores de X, Y y Z que se utilizarán para la expresión de resultados son las respectivas medias aritméticas de las tres determinaciones.

EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Los resultados finales se expresan en coordenadas CIE- $L^*a^*b^*$, según quedan definidas en la norma UNE 40-435:84 y que se detalla a continuación:

- **Coordenada L^* .** Corresponde a la claridad o luminosidad de la muestra.
- **Coordenada a^* .** Define la desviación del punto cromático correspondiente a la luminosidad L^* hacia el rojo (+) o hacia el verde (-).
- **Coordenada b^* .** De modo análogo, define la desviación al azul (-) o al amarillo (+).

Las coordenadas $L^*a^*b^*$ se calculan a partir de las coordenadas tri-estímulos XYZ referidas a las condiciones de referencia mediante las fórmulas:

$$L^* = 116 \left(\frac{Y}{Y_n} \right)^{1/3} - 16 \quad a^* = 500 \left[\left(\frac{X}{X_n} \right)^{1/3} - \left(\frac{Y}{Y_n} \right)^{1/3} \right] \quad b^* = 200 \left[\left(\frac{Y}{Y_n} \right)^{1/3} - \left(\frac{Z}{Z_n} \right)^{1/3} \right]$$

Donde X_n , Y_n , y Z_n son constantes que dependen del iluminante y observador utilizados, según se refleja en la siguiente tabla:

Tabla XXXVI. Valores de las constantes X_n , Y_n , y Z_n según el tipo de iluminante

Constantes	Observador 2°				Observador 10°			
	C	D65	A	F	C	D65	A	F
X_n	98.07	95.05	109.85	109.43	97.28	94.81	11.15	112.12
Y_n	100	100	100	100	100	100	100	100
Z_n	118.23	108.89	35.58	40.21	116.14	107.33	35.20	40.79

Fuente: Asociación Española de Normalización y Certificación, **Norma UNE 80117:2001, Métodos de ensayo de cementos. Ensayos físicos. Determinación del color en los cementos blancos.** Pág. 1

2. Composición inicial de los caolines evaluados

A continuación se presentan los datos de composición inicial de las muestras utilizadas para la realización del estudio termogravimétrico. Los datos se obtuvieron por medio del Método de Espectrometría de Absorción Atómica (EAA).

CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

PROMISA
PROCESADORA DE MINERALES S. A.

Diagonal 6, 10-01 Zona 10
Centro Gerencial Las Margaritas,
Torre II, Oficina 901
Guatemala, Guatemala

PBX (502) 2336-6696
Fax (502) 2336-6705
Email: info@promisa.biz

CAOLIN OC-400

FICHA TÉCNICA

PRODUCTO TERMINADO

CARACTERÍSTICAS GENERALES

Dentro de la gran variedad de arcillas que se encuentran alrededor de la corteza terrestre se cuenta con caolines y caolinitas, que presentan diferente comportamiento físico-químico y que a su vez responden de maneras diversas en las aplicaciones industrial. Color blanco amarillento. No calcinado.

PROPIEDADES QUÍMICAS

Quantificación como Caolín	79.34%
Sílice (como SiO ₂)	21.77%
Hierro (como Fe)	0.31%
Magnesio y sales alcalinas	0.13%
Aluminio (como Al ₂ O ₃)	20.39%
Potasio (como K ₂ O)	3.14mg/g
Sodio (como Na ₂ O)	3.34mg/g
Calcio (como CaO)	0.36%
Humedad	1.34%
pH	9.28
Peso específico	< 3gr/cm ³
Diámetro al 10%	3μ
Diámetro al 50%	8μ
Diámetro al 90%	20μ

APLICACIONES

- Cargas y pigmentos secundarios en la industria de pinturas
- Cargas y rellenos industriales
- Cargas y rellenos para industria de la construcción
- Fabricación de caucho y adhesivos

CAOLÍN HIDROTERMAL

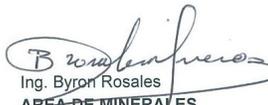
LABORATORIO TÉCNICO	MINISTERIO DE ENERGIA Y MINAS GUATEMALA C. A.	PAGINA 1 DE (1) LAB-REP-1142-09 ORDEN No. L-564-09 GUATEMALA, 19-10-09
--------------------------------	--	---

RESULTADOS DE ANÁLISIS

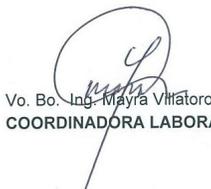
MUESTRA: CAOLIN
 PRESENTADA POR: Roberto Lainfiesta
 RESPONSABLE DEL MUESTREO: Desconocido
 PROCEDENCIA: Centro de Investigaciones de Ingeniería, USAC
 LOCALIZACION: Desconocida
 FECHA DE MUESTREO: Desconocida
 FECHA DE RECEPCION DE MUESTRA Y PAPELERIA: 14-10-09
 FECHA DE ANALISIS: del 15 al 16-10-09
 PRECIO DE ANALISIS: \$ 66.40
 ANALISTA: Hugo Argueta

DESCRIPCION	TECNICA	RESULTADOS (1)	OXIDOS(2)
Silicio, % en peso	E. A. A.	26.30	56.3 SiO ₂
Aluminio, % en peso	E. A. A.	10.18	19.23 Al ₂ O ₃
Magnesio, % en peso	E. A. A.	0.07	0.12 MgO
Hierro, % en peso	E. A. A.	0.62	0.89 Fe ₂ O ₃
Potasio, % en peso	E. A. A.	1.61	1.94 K ₂ O
Sodio, % en peso	E. A. A.	0.17	0.23 Na ₂ O
Calcio, % en peso	E. A. A.	0.48	0.68 CaO

Notas: Resultados válidos para la cantidad de muestra presentada al laboratorio.
 Los resultados (1) se obtuvieron en forma elemental. Los óxidos (2) por cálculo estequiométrico
 E. A. A.: Espectrometría de absorción atómica.


 Ing. Byron Rosales
AREA DE MINERALES




 Vo. Bo. Ing. Mayra Villatoro
COORDINADORA LABORATORIOS TÉCNICOS



El presente informe no puede ser modificado ni reproducido sin autorización del Laboratorio Técnico.



GOBIERNO DE ÁLVARO COLOM
GUATEMALA



APÉNDICE

1. Muestra de cálculo

1.1 Determinación de la pérdida de peso

La pérdida de peso se calculó basada en el peso residual que sufrieron las muestras después de someterlas a diferentes temperaturas de calentamiento. A la muestra de caolín colocada en la cápsula de porcelana respectiva, se homogenizó la humedad al equilibrio luego de permanecer durante 36 horas en un horno a 110°C.

W_o = cápsula de porcelana + 5 gramos de muestra

W_f = peso final de la cápsula de porcelana + muestra sometida a calentamiento

$$pp\% = \frac{W_f}{W_o} \times 100$$

1.2 Determinación de la densidad

La pérdida de peso se calculó según una variación al método ASTM C 188-95 (Ver Anexo 4), y se calcula por medio de la fórmula

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Donde:

ρ = densidad del material en g/cm³

m = masa de la muestra analizada, en g

V = volumen de la muestra determinado por la diferencia entre las lecturas inicial y final en el matraz de Le Chatelier especial, en cm³.

1.3 Determinación de la razón de cambio

La razón de cambio o velocidad de las variables pérdida de peso y densidad se calculó por medio de la fórmula

$$\frac{\partial x}{\partial T} = \frac{x_i - x_{i-1}}{T_i - T_{i-1}}$$

Donde:

x_i = pérdida de peso o densidad del material de la i -ésima observación

x_{i-1} = pérdida de peso o densidad del material de la observación anterior a x_i

T_i = temperatura de calentamiento de la i -ésima observación

T_{i-1} = temperatura de calentamiento de de la observación anterior a T_i

2. Datos originales

Tabla XXXVII. Datos para la calibración de las muflas utilizadas para calcinación

Temperatura(°C)		Tiempo (min)	
Inicial	Final	Mufla 1	Mufla 2
25	110	13.9	32.7
110	190	15.6	22.6
190	280	11.3	12.6
280	350	10.7	7.1
350	450	12.1	8.0
450	550	12.3	8.6
550	573	8.7	6.0
573	673	12.9	8.9
673	773	13.4	9.7
773	873	14.5	8.6
873	900	9.7	8.1

Figura 47. Curvas de calibración de las muflas utilizadas para la calcinación

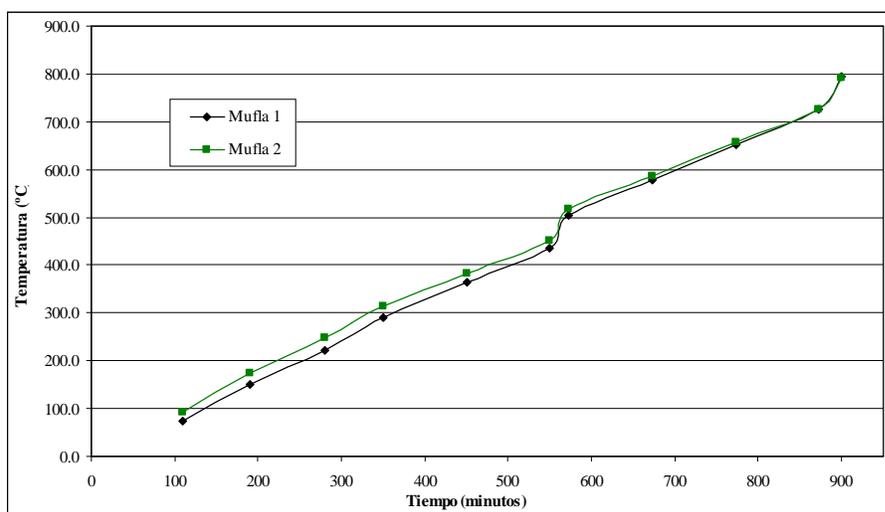


Tabla XXXVIII. Datos obtenidos directamente de la experimentación para la determinación del peso residual, densidad y color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA, CORRIDA 1

Temperatura (°C)	Pérdida de Peso			Densidad		Color		
	Peso inicial - Muestra (g)	Peso final - Muestra y Crisol (g)	Tara Crisol (g)	Masa (g)	Δ Volumen (cc)	L^*	a^*	b^*
110	5.003	29.457	24.484	1.003	0.450	92.04	-1.09	9.14
190	5.008	29.824	24.902	1.005	0.450	90.57	-1.2	8.03
280	4.997	29.412	24.588	0.998	0.400	84.18	-0.25	7.84
350	4.995	30.480	25.681	1.001	0.350	85.27	-0.01	7.78
450	5.004	31.340	26.555	0.999	0.350	82.54	0.06	10.23
550	5.006	28.955	24.294	0.995	0.350	83.30	1.19	14.26
573	5.003	29.681	25.139	1.008	0.350	82.17	1.12	13.74
673	5.004	30.076	25.564	0.999	0.350	85.98	1.59	14.05
773	5.013	29.009	24.550	1.001	0.350	87.42	1.64	14.5
873	5.005	29.961	25.563	1.012	0.350	87.48	2.14	17.25
900	4.997	28.863	24.484	1.019	0.350	89.68	3.13	18.58

Tabla XXXIX. Datos obtenidos directamente de la experimentación para la determinación del peso residual, densidad y color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA, CORRIDA 2

Temperatura (°C)	Pérdida de Peso			Densidad		Color		
	Peso inicial - Muestra (g)	Peso final - Muestra y Crisol (g)	Tara Crisol (g)	Masa (g)	Δ Volumen (cc)	L^*	a^*	b^*
110	4.998	31.459	26.552	1.010	0.450	88.27	-1.50	8.98
190	4.999	30.465	25.565	0.996	0.450	87.06	-1.37	10.36
280	5.000	29.754	24.902	1.005	0.400	86.46	-0.57	6.86
350	4.998	29.439	24.590	0.999	0.400	83.58	-0.39	5.76
450	5.003	29.955	25.139	1.010	0.350	82.48	0.90	11.71
550	5.000	29.005	24.293	1.008	0.350	84.20	0.67	12.76
573	5.000	30.690	26.136	1.006	0.350	84.90	0.89	12.23
673	4.999	30.177	25.684	1.010	0.350	85.68	0.99	13.35
773	5.002	29.785	25.296	1.004	0.350	86.04	1.92	14.69
873	5.001	27.823	23.381	1.005	0.350	88.64	2.65	17.34
900	5.003	29.889	25.447	1.015	0.350	85.87	2.77	19.05

Tabla XL. Datos obtenidos directamente de la experimentación para la determinación del peso residual, densidad y color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA, CORRIDA 3

Temperatura (°C)	Pérdida de Peso			Densidad		Color		
	Peso inicial - Muestra (g)	Peso final - Muestra y Crisol (g)	Tara Crisol (g)	Masa (g)	Δ Volumen (cc)	L^*	a^*	b^*
110	5.000	31.057	26.134	0.990	0.450	87.11	-1.40	8.09
190	5.002	31.448	26.558	1.001	0.400	86.83	-1.25	6.77
280	5.000	30.019	25.138	1.003	0.350	89.65	-1.13	8.95
350	5.003	29.685	24.829	1.002	0.350	81.96	-0.98	6.32
450	5.000	29.851	25.003	0.998	0.350	80.78	0.40	9.45
550	4.998	30.408	25.719	0.994	0.350	80.74	0.38	12.22
573	4.999	27.933	23.384	0.999	0.350	83.50	0.68	14.07
673	5.001	28.823	24.294	0.997	0.350	84.98	2.03	12.99
773	4.996	30.126	25.681	0.995	0.350	88.01	2.67	13.56
873	5.005	29.695	25.299	1.011	0.350	86.93	1.97	15.40
900	5.009	28.981	24.587	1.019	0.350	86.38	2.55	17.34

Tabla XLI. Datos obtenidos directamente de la experimentación para la determinación del peso residual, densidad y color del CAOLÍN HIDROTÉRMAL, CORRIDA 1

Temperatura (°C)	Pérdida de Peso			Densidad		Color		
	Peso inicial - Muestra (g)	Peso final - Muestra y Crisol (g)	Tara Crisol (g)	Masa (g)	Δ Volumen (cc)	L^*	a^*	b^*
110	5.003	31.435	26.557	1.001	0.450	77.12	1.10	15.27
190	5.000	30.361	25.507	1.028	0.450	78.06	1.40	13.60
280	5.002	30.484	25.683	1.017	0.450	70.26	2.51	13.27
350	5.000	29.586	24.828	0.997	0.450	60.09	2.90	10.82
450	5.000	30.028	25.299	1.019	0.400	65.40	3.20	10.55
550	5.006	29.853	25.139	0.997	0.350	78.86	4.30	15.01
573	5.002	31.318	26.649	1.003	0.400	78.90	4.99	16.65
673	5.005	29.138	24.486	0.999	0.400	87.40	4.54	15.53
773	5.002	28.914	24.297	1.000	0.350	86.47	4.21	16.38
873	5.008	29.435	24.902	0.990	0.350	87.12	3.86	12.53
900	5.011	29.139	24.613	1.022	0.350	88.04	4.89	14.74

Tabla XLII. Datos obtenidos directamente de la experimentación para la determinación del peso residual, densidad y color del CAOLÍN HIDROTERMAL, CORRIDA 2

Temperatura (°C)	Pérdida de Peso			Densidad		Color		
	Peso inicial - Muestra (g)	Peso final - Muestra y Crisol (g)	Tara Crisol (g)	Masa (g)	Δ Volumen (cc)	L^*	a^*	b^*
110	5.001	29.455	24.589	0.998	0.450	78.01	0.87	13.14
190	5.006	29.682	24.829	1.004	0.450	75.70	1.10	13.32
280	5.000	28.201	23.382	1.027	0.450	69.10	2.76	12.53
350	5.003	30.351	25.565	0.993	0.400	59.40	3.09	10.80
450	5.007	30.281	25.508	1.011	0.400	62.10	3.43	12.18
550	5.004	29.609	24.902	1.028	0.400	75.78	4.75	16.58
573	5.003	30.384	25.720	1.041	0.400	78.50	5.20	17.01
673	5.007	29.247	24.597	1.017	0.400	82.90	5.58	17.97
773	5.006	30.771	26.136	1.033	0.400	84.95	4.70	16.97
873	5.003	31.188	26.649	1.002	0.350	86.67	4.55	15.63
900	5.010	29.692	25.157	1.021	0.350	89.74	4.40	16.00

Tabla XLIII. Datos obtenidos directamente de la experimentación para la determinación del peso residual, densidad y color del CAOLÍN HIDROTERMAL, CORRIDA 3

Temperatura (°C)	Pérdida de Peso			Densidad		Color		
	Peso inicial - Muestra (g)	Peso final - Muestra y Crisol (g)	Tara Crisol (g)	Masa (g)	Δ Volumen (cc)	L^*	a^*	b^*
110	4.999	29.769	24.902	1.012	0.450	80.60	0.99	13.64
190	4.994	29.425	24.597	1.011	0.450	75.12	0.59	12.98
280	5.004	29.095	24.266	1.010	0.450	71.88	2.33	13.40
350	5.011	29.316	24.486	0.993	0.450	57.66	3.12	12.20
450	5.006	29.623	24.830	0.996	0.450	66.01	3.00	14.97
550	4.999	31.391	26.652	1.005	0.400	75.78	4.30	16.57
573	5.001	29.327	24.590	0.999	0.350	77.01	4.85	16.01
673	5.005	30.361	25.682	1.012	0.350	84.05	5.24	17.12
773	5.000	29.899	25.301	1.010	0.400	83.40	4.02	15.96
873	5.003	30.059	25.542	1.006	0.350	88.26	4.21	13.33
900	4.994	30.174	25.679	1.008	0.350	86.02	5.40	15.40

3. Datos calculados

Tabla XLIV. Determinación de pérdida de peso y densidad del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA, CORRIDA 1

Temperatura (°C)	Pérdida de peso				Densidad		
	Pérdida de peso (g)	Δ PP (g)	Pérdida de peso (%)	Velocidad (g/°C)	Densidad (g/cc)	Δ ρ (g/cc)	Velocidad (g/cc) /°C
110	0.132	0.132	97.36%	1.553E-03	2.25	°	5.752E-04
190	0.166	0.034	96.68%	4.272E-04	2.25	0.002	2.289E-04
280	0.175	0.009	96.50%	9.623E-05	2.24	0.002	2.721E-04
350	0.181	0.006	96.39%	8.204E-05	2.27	0.026	3.651E-04
450	0.213	0.032	95.75%	3.214E-04	2.45	0.180	2.490E-03
550	0.260	0.047	94.80%	4.731E-04	2.63	0.180	1.523E-03
573	0.264	0.004	94.72%	1.694E-04	2.70	0.070	9.988E-05
673	0.326	0.062	93.49%	6.173E-04	2.69	0.010	2.606E-05
773	0.402	0.076	91.96%	7.633E-04	2.59	0.100	1.042E-05
873	0.486	0.084	90.29%	8.371E-04	2.87	0.284	2.332E-03
900	0.499	0.014	90.01%	5.145E-04	2.88	0.006	2.691E-03

Tabla XLV. Determinación de pérdida de peso y densidad del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA, CORRIDA 2

Temperatura (°C)	Pérdida de peso				Densidad		
	Pérdida de peso (g)	Δ PP (g)	Pérdida de peso (%)	Velocidad (g/°C)	Densidad (g/cc)	Δ ρ (g/cc)	Velocidad (g/cc) /°C
110	0.091	0.091	98.18%	1.071E-03	2.24	0.027	3.137E-04
190	0.099	0.008	98.02%	9.979E-05	2.34	0.096	1.194E-03
280	0.148	0.049	97.04%	5.442E-04	2.64	0.300	3.333E-03
350	0.149	0.001	97.02%	1.514E-05	2.81	0.170	2.429E-03
450	0.187	0.038	96.26%	3.783E-04	2.89	0.076	1.131E-03
550	0.288	0.101	94.24%	1.011E-03	2.88	0.006	5.714E-05
573	0.446	0.158	91.08%	6.870E-03	2.87	0.006	8.236E-05
673	0.506	0.060	89.88%	6.010E-04	2.89	0.011	1.684E-04
773	0.513	0.007	89.74%	6.694E-05	2.87	0.017	1.575E-04
873	0.559	0.046	88.82%	4.609E-04	2.87	0.003	2.857E-05
900	0.561	0.002	88.79%	6.575E-05	2.90	0.029	1.058E-03

Tabla XLVI. Determinación de pérdida de peso y densidad del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA, CORRIDA 3

Temperatura (°C)	Pérdida de peso				Densidad		
	Pérdida de peso (g)	Δ PP (g)	Pérdida de peso (%)	Velocidad (g/°C)	Densidad (g/cc)	$\Delta \rho$ (g/cc)	Velocidad (g/cc) /°C
110	0.077	0.077	98.46%	9.059E-04	2.20	0.018	2.092E-04
190	0.112	0.035	97.76%	4.369E-04	2.30	0.100	1.250E-03
280	0.119	0.007	97.62%	7.828E-05	2.59	0.290	3.222E-03
350	0.147	0.028	97.06%	3.987E-04	2.77	0.180	2.571E-03
450	0.152	0.005	96.96%	5.088E-05	2.85	0.081	8.009E-04
550	0.309	0.157	93.82%	1.571E-03	2.84	0.011	1.143E-04
573	0.450	0.141	91.00%	6.129E-03	2.85	0.014	3.294E-04
673	0.472	0.022	90.56%	2.182E-04	2.85	0.006	1.163E-04
773	0.551	0.080	88.97%	7.954E-04	2.84	0.006	5.714E-05
873	0.609	0.057	87.83%	5.695E-04	2.89	0.046	4.571E-04
900	0.615	0.006	87.72%	2.038E-04	2.91	0.023	8.466E-04

Tabla XLVII. Determinación de pérdida de peso y densidad del CAOLÍN HIDROTERMAL, CORRIDA 1

Temperatura (°C)	Pérdida de peso				Densidad		
	Pérdida de peso (g)	Δ PP (g)	Pérdida de peso (%)	Velocidad (g/°C)	Densidad (g/cc)	$\Delta \rho$ (g/cc)	Velocidad (g/cc) /°C
110	0.125	0.125	97.50%	1.470E-03	2.22	0.024	2.876E-04
190	0.146	0.021	97.08%	2.634E-04	2.26	0.036	3.980E-04
280	0.201	0.055	95.98%	6.102E-04	2.26	0.000	3.753E-04
350	0.242	0.041	95.16%	5.869E-04	2.29	0.030	4.286E-04
450	0.271	0.029	94.58%	2.900E-04	2.55	0.258	2.296E-03
550	0.292	0.021	94.17%	2.065E-04	2.71	0.163	1.325E-03
573	0.333	0.041	93.34%	1.792E-03	2.58	0.130	1.000E-04
673	0.353	0.020	92.95%	1.978E-04	2.61	0.030	5.212E-05
773	0.385	0.032	92.30%	3.220E-04	2.63	0.020	1.569E-04
873	0.475	0.089	90.52%	8.940E-04	2.83	0.199	2.120E-03
900	0.485	0.010	90.32%	3.590E-04	2.92	0.091	2.639E-03

**Tabla XLVIII. Determinación de pérdida de peso y densidad del CAOLÍN
HIDROTERMAL, CORRIDA 2**

Temperatura (°C)	Pérdida de peso				Densidad		
	Pérdida de peso (g)	Δ PP (g)	Pérdida de peso (%)	Velocidad (g/°C)	Densidad (g/cc)	Δ ρ (g/cc)	Velocidad (g/cc) /°C
110	0.135	0.135	97.30%	1.588E-03	2.22	0.018	2.092E-04
190	0.153	0.018	96.94%	2.230E-04	2.23	0.013	1.493E-04
280	0.181	0.028	96.38%	3.131E-04	2.28	0.051	7.507E-05
350	0.217	0.036	95.66%	5.124E-04	2.32	0.038	5.397E-04
450	0.234	0.017	95.33%	1.680E-04	2.53	0.208	2.075E-03
550	0.297	0.063	94.06%	6.309E-04	2.57	0.042	1.126E-03
573	0.339	0.042	93.22%	1.828E-03	2.63	0.060	1.558E-04
673	0.357	0.018	92.87%	1.770E-04	2.62	0.010	1.564E-04
773	0.371	0.014	92.59%	1.405E-04	2.71	0.090	2.408E-04
873	0.464	0.093	90.73%	9.317E-04	2.86	0.153	1.908E-03
900	0.475	0.010	90.52%	3.826E-04	2.92	0.054	2.507E-03

**Tabla XLIX. Determinación de pérdida de peso y densidad del CAOLÍN
HIDROTERMAL, CORRIDA 3**

Temperatura (°C)	Pérdida de peso				Densidad		
	Pérdida de peso (g)	Δ PP (g)	Pérdida de peso (%)	Velocidad (g/°C)	Densidad (g/cc)	Δ ρ (g/cc)	Velocidad (g/cc) /°C
110	0.132	0.132	97.36%	1.553E-03	2.25	0.005	5.752E-04
190	0.166	0.034	96.68%	4.272E-04	2.25	0.002	2.289E-04
280	0.175	0.009	96.50%	9.623E-05	2.24	0.002	2.721E-04
350	0.181	0.006	96.39%	8.204E-05	2.27	0.026	3.651E-04
450	0.213	0.032	95.75%	3.214E-04	2.45	0.180	2.490E-03
550	0.260	0.047	94.80%	4.731E-04	2.63	0.180	1.523E-03
573	0.264	0.004	94.72%	1.694E-04	2.70	0.070	9.988E-05
673	0.326	0.062	93.49%	6.173E-04	2.69	0.010	2.606E-05
773	0.402	0.076	91.96%	7.633E-04	2.59	0.100	1.042E-05
873	0.486	0.084	90.29%	8.371E-04	2.87	0.284	2.332E-03
900	0.499	0.014	90.01%	5.145E-04	2.88	0.006	2.691E-03

Tabla L. Determinación de valores promedio y desviación estándar para la pérdida de peso, densidad y color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

Temperatura (°C)	Pérdida de Peso (%)		Densidad (g/cc)		Color					
	Prom.	D.S.	Prom.	D.S.	L*		a*		b*	
					Prom.	D.S.	Prom.	D.S.	Prom.	D.S.
25	100.00%	0.00%	2.22	0.00	92.84	0.00	-0.83	0.00	8.08	0.00
110	98.68%	0.64%	2.22	0.02	89.14	2.58	-1.33	0.21	8.74	0.57
190	98.02%	0.26%	2.31	0.03	88.15	2.10	-1.27	0.09	8.39	1.82
280	97.07%	0.54%	2.59	0.05	86.76	2.75	-0.65	0.45	7.88	1.05
350	96.72%	0.56%	2.77	0.04	83.60	1.66	-0.46	0.49	6.62	1.04
450	96.28%	0.67%	2.86	0.02	81.93	1.00	0.45	0.42	10.46	1.15
550	93.72%	0.57%	2.85	0.02	82.75	1.80	0.75	0.41	13.08	1.06
573	90.95%	0.15%	2.87	0.01	83.52	1.37	0.90	0.22	13.35	0.98
673	90.20%	0.34%	2.86	0.02	85.55	0.51	1.54	0.52	13.46	0.54
773	89.22%	0.45%	2.86	0.01	87.16	1.01	2.08	0.53	14.25	0.61
873	88.18%	0.56%	2.88	0.01	87.68	0.87	2.25	0.35	16.66	1.10
900	88.05%	0.64%	2.91	0.01	87.31	2.07	2.82	0.29	18.32	0.88

Tabla LI. Determinación de valores promedio y desviación estándar para pérdida de peso, densidad y COLOR DEL CAOLÍN HIDROTERMAL

Temperatura (°C)	Pérdida de Peso (%)		Densidad (g/cc)		Color					
	Prom.	D.S.	Prom.	D.S.	L*		a*		b*	
					Prom.	D.S.	Prom.	D.S.	Prom.	D.S.
25	100.00%	0.00%	2.20	0.00	85.29	0.00	0.80	0.00	11.46	0.00
110	97.39%	0.10%	2.23	0.02	78.58	1.81	0.99	0.12	14.02	1.11
190	96.90%	0.21%	2.25	0.01	76.29	1.56	1.03	0.41	13.30	0.31
280	96.29%	0.27%	2.26	0.02	70.41	1.40	2.53	0.22	13.07	0.47
350	95.74%	0.62%	2.29	0.03	59.05	1.25	3.04	0.12	11.27	0.80
450	95.22%	0.59%	2.51	0.05	64.50	2.10	3.21	0.22	12.57	2.24
550	94.34%	0.40%	2.64	0.07	76.81	1.78	4.45	0.26	16.05	0.90
573	93.76%	0.83%	2.64	0.06	78.14	1.00	5.01	0.18	16.56	0.51
673	93.10%	0.34%	2.64	0.04	84.78	2.34	5.12	0.53	16.87	1.24
773	92.28%	0.31%	2.64	0.06	84.94	1.54	4.31	0.35	16.44	0.51
873	90.51%	0.22%	2.86	0.02	87.35	0.82	4.21	0.35	13.83	1.61
900	90.28%	0.26%	2.91	0.02	87.93	1.86	4.90	0.50	15.38	0.63

Tabla LII. Determinación de velocidades promedio respecto la temperatura para la pérdida de peso y densidad en ambos caolines

Temperatura (°C)	Caolín de Toba Triturada				Caolín Hidrotermal			
	$\delta m/\delta T$ (g/°C)		$\delta \rho/\delta T$ (g/cc °C)		$\delta m/\delta T$ (g/°C)		$\delta \rho/\delta T$ (g/cc °C)	
	Promedio	D. S.	Promedio	D. S.	Promedio	D. S.	Promedio	D. S.
67.5	0.00078	0.00038	0.00008	0.00027	0.00154	0.00003	0.00036	0.00019
150.0	0.00041	0.00030	0.00107	0.00027	0.00030	0.00005	0.00026	0.00013
235.0	0.00053	0.00045	0.00315	0.00023	0.00034	0.00013	0.00024	0.00015
315.0	0.00025	0.00020	0.00252	0.00008	0.00039	0.00014	0.00044	0.00009
400.0	0.00022	0.00016	0.00096	0.00017	0.00026	0.00004	0.00229	0.00021
500.0	0.00128	0.00028	0.00010	0.00003	0.00044	0.00011	0.00132	0.00020
561.5	0.00602	0.00032	0.00019	0.00013	0.00126	0.00017	0.00012	0.00003
623.0	0.00038	0.00020	0.00015	0.00003	0.00033	0.00012	0.00008	0.00007
723.0	0.00049	0.00038	0.00007	0.00011	0.00041	0.00016	0.00014	0.00012
823.0	0.00052	0.00006	0.00027	0.00022	0.00089	0.00002	0.00212	0.00021
886.5	0.00024	0.00019	0.00088	0.00016	0.00042	0.00004	0.00261	0.00010

Tabla LIII. Análisis de varianza realizado para los valores de pérdida de peso para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación

Origen de variaciones	Suma de cuadrados	Grados libertad	Promedio de cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico F	Log(Fc-Ft)
Temperaturas	0.0853606	11	0.007760051	375.45	1.33907E-42	1.995	2.57
Caolines	0.0009509	1	0.000950933	46.01	1.58237E-08	4.043	1.62
T. × Caolín	0.0053679	11	0.000487988	23.61	1.04552E-15	1.995	1.33
Error	0.0009921	48	2.06685E-05				
Total	0.0926714	71					

Tabla LIV. Análisis de varianza realizado para los valores de densidad para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación

Origen de variaciones	Suma de cuadrados	Grados libertad	Promedio de cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico F	Log(Fc-Ft)
Temperaturas	4.1621470	11	0.378376996	349.23	7.42998E-42	1.995	2.54
Caolines	0.5814727	1	0.581472709	536.67	1.04888E-27	4.043	2.73
T. × Caolín	0.4166962	11	0.037881471	34.96	3.67912E-19	1.995	1.52
Error	0.0520067	48	0.001083473				
Total	5.2123225	71					

Tabla LV. Análisis de varianza realizado para los valores de la coordenada L* del color para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación

Origen de variaciones	Suma de cuadrados	Grados libertad	Promedio de cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico F	Log(Fc-Ft)
Temperaturas	2104.3319153	11	191.3029014	72.32	5.2009E-26	1.995	1.85
Caolines	1308.7580681	1	1308.758068	494.74	6.27949E-27	4.043	2.69
T. × Caolín	1021.5450486	11	92.86773169	35.11	3.37867E-19	1.995	1.52
Error	126.9767333	48	2.645348611				
Total	4561.6117653	71					

Tabla LVI. Análisis de varianza realizado para los valores de la coordenada a* del color para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación

Origen de variaciones	Suma de cuadrados	Grados libertad	Promedio de cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico F	Log(Fc-Ft)
Temperaturas	145.5195375	11	13.22904886	112.86	2.14139E-30	1.995	2.04
Caolines	139.0834014	1	139.0834014	1186.56	1.66258E-35	4.043	3.07
T. × Caolín	10.7970153	11	0.981546843	8.37	5.73053E-08	1.995	0.80
Error	5.6263333	48	0.117215278				
Total	301.0262875	71					

Tabla LVII. Análisis de varianza realizado para los valores de la coordenada b* del color para los dos tipos de caolín a diferentes temperaturas de deshidroxilación

Origen de variaciones	Suma de cuadrados	Grados libertad	Promedio de cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico F	Log(Fc-Ft)
Temperaturas	473.9666375	11	43.08787614	41.53	9.76241E-21	1.995	1.60
Caolines	124.1625347	1	124.1625347	119.67	1.2354E-14	4.043	2.06
T. × Caolín	128.7877486	11	11.70797715	11.28	6.06966E-10	1.995	0.97
Error	49.8024667	48	1.037551389				
Total	776.7193875	71					

Tabla LVIII. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de pérdida en peso

Temperatura (°C)	Pérdida en peso (%)		Diferencia	
	Caolín Toba Triturada	Caolín Hidrotermal		
25	100.00%	100.00%	0.00%	No Significativa
110	98.68%	97.39%	1.29%	Significativa
190	98.02%	96.90%	1.12%	Significativa
280	97.07%	96.29%	0.78%	No Significativa
350	96.72%	95.74%	0.98%	Significativa
450	96.28%	95.22%	1.06%	Significativa
550	93.72%	94.34%	0.62%	No Significativa
573	90.95%	93.76%	2.81%	Significativa
673	90.20%	93.10%	2.90%	Significativa
773	89.22%	92.28%	3.06%	Significativa
873	88.18%	90.51%	2.33%	Significativa
900	88.05%	90.28%	2.24%	Significativa

Tabla LIX. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de densidad

Temperatura (°C)	Densidad (g/cm ³)		Diferencia	
	Caolín Toba Triturada	Caolín Hidrotermal		
25	2.218	2.200	0.018	No Significativa
110	2.224	2.230	0.006	No Significativa
190	2.310	2.246	0.064	No Significativa
280	2.593	2.262	0.331	Significativa
350	2.770	2.293	0.477	Significativa
450	2.864	2.508	0.355	Significativa
550	2.854	2.637	0.218	Significativa
573	2.870	2.637	0.233	Significativa
673	2.863	2.640	0.223	Significativa
773	2.857	2.643	0.214	Significativa
873	2.884	2.855	0.029	No Significativa
900	2.908	2.906	0.002	No Significativa

Tabla LX. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de la coordenada L^* del color

Temperatura (°C)	L^*		Diferencia	
	Caolín Toba Triturada	Caolín Hidrotermal		
25	92.840	85.290	7.550	Significativa
110	89.140	78.577	10.563	Significativa
190	88.153	76.293	11.860	Significativa
280	86.763	70.413	16.350	Significativa
350	83.603	59.050	24.553	Significativa
450	81.933	64.503	17.430	Significativa
550	82.747	76.807	5.940	Significativa
573	83.523	78.137	5.387	Significativa
673	85.547	84.783	0.763	No Significativa
773	87.157	84.940	2.217	No Significativa
873	87.683	87.350	0.333	No Significativa
900	87.310	87.933	0.623	No Significativa

Tabla LXI. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores promedio de la coordenada a^* del color

Temperatura (°C)	a^*		Diferencia	
	Caolín Toba Triturada	Caolín Hidrotermal		
25	-0.830	0.800	1.630	Significativa
110	-1.330	0.987	2.317	Significativa
190	-1.273	1.030	2.303	Significativa
280	-0.650	2.533	3.183	Significativa
350	-0.460	3.037	3.497	Significativa
450	0.453	3.210	2.757	Significativa
550	0.747	4.450	3.703	Significativa
573	0.897	5.013	4.117	Significativa
673	1.537	5.120	3.583	Significativa
773	2.077	4.310	2.233	Significativa
873	2.253	4.207	1.953	Significativa
900	2.817	4.897	2.080	Significativa

Tabla LXII. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre tipos de caolín para los valores de la coordenada b^* del color

Temperatura (°C)	b^*		Diferencia	
	Caolín Toba Triturada	Caolín Hidrotermal		
25	8.080	11.460	3.380	Significativa
110	8.737	14.017	5.280	Significativa
190	8.387	13.300	4.913	Significativa
280	7.883	13.067	5.183	Significativa
350	6.620	11.273	4.653	Significativa
450	10.463	12.567	2.103	Significativa
550	13.080	16.053	2.973	Significativa
573	13.347	16.557	3.210	Significativa
673	13.463	16.873	3.410	Significativa
773	14.250	16.437	2.187	Significativa
873	16.663	13.830	2.833	Significativa
900	18.323	15.380	2.943	Significativa

Tabla LXIII. Comparadores de parejas medias de Tukey

Q (0.5,3,48)	Pérdida de Peso (%)	Densidad (g/cc)	L^*	a^*	b^*
3.41	0.008950512	0.064804141	3.20210234	0.674040298	2.005388683

Tabla LXIV. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la pérdida de peso del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

Zona	Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	Pérdida de peso 1 (%)	Pérdida de peso 2 (%)	Diferencia	
Zona 1	110	25	98.68%	100.00%	1.32%	Significativa
	190	110	98.02%	98.68%	0.66%	No Significativa
	190	25	98.02%	100.00%	1.98%	Significativa
	280	190	97.07%	98.02%	0.95%	Significativa
	280	110	97.07%	98.68%	1.61%	Significativa
	280	25	97.07%	100.00%	2.93%	Significativa
	350	280	96.72%	97.07%	0.35%	No Significativa
	350	190	96.72%	98.02%	1.30%	Significativa
	350	110	96.72%	98.68%	1.96%	Significativa
	350	25	96.72%	100.00%	3.28%	Significativa
Zona 2	450	350	96.28%	96.72%	0.44%	No Significativa
	550	450	93.72%	96.28%	2.56%	Significativa
	550	350	93.72%	96.72%	3.00%	Significativa
	573	550	90.95%	93.72%	2.77%	Significativa
	573	450	90.95%	96.28%	5.33%	Significativa
	573	350	90.95%	96.72%	5.76%	Significativa
	673	573	90.20%	90.95%	0.75%	No Significativa
	673	550	90.20%	93.72%	3.52%	Significativa
	673	450	90.20%	96.28%	6.08%	Significativa
	673	350	90.20%	96.72%	6.52%	Significativa
	773	673	89.22%	90.20%	0.98%	Significativa
	773	573	89.22%	90.95%	1.73%	Significativa
	773	550	89.22%	93.72%	4.50%	Significativa
	773	450	89.22%	96.28%	7.06%	Significativa
773	350	89.22%	96.72%	7.50%	Significativa	
Zona 3	873	773	88.18%	89.22%	1.05%	Significativa
	900	873	88.05%	88.18%	0.13%	No Significativa
	900	773	88.05%	89.22%	1.17%	Significativa

Tabla LXV. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la densidad del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

Zona	Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	Densidad 1 (g/cc)	Densidad 2 (g/cc)	Diferencia	
Zona 1	110	25	2.224	2.218	0.007	No Significativa
	190	110	2.310	2.224	0.086	Significativa
	190	25	2.310	2.218	0.092	Significativa
	280	190	2.593	2.310	0.283	Significativa
	280	110	2.593	2.224	0.369	Significativa
	280	25	2.593	2.218	0.376	Significativa
	350	280	2.770	2.593	0.177	Significativa
	350	190	2.770	2.310	0.460	Significativa
	350	110	2.770	2.224	0.546	Significativa
	350	25	2.770	2.218	0.552	Significativa
Zona 2	450	350	2.864	2.770	0.094	Significativa
	550	450	2.854	2.864	0.010	No Significativa
	550	350	2.854	2.770	0.084	Significativa
	573	550	2.870	2.854	0.015	No Significativa
	573	450	2.870	2.864	0.006	No Significativa
	573	350	2.870	2.770	0.100	Significativa
	673	573	2.863	2.870	0.007	No Significativa
	673	550	2.863	2.854	0.009	No Significativa
	673	450	2.863	2.864	0.001	No Significativa
	673	350	2.863	2.770	0.093	Significativa
	773	673	2.857	2.863	0.006	No Significativa
	773	573	2.857	2.870	0.012	No Significativa
	773	550	2.857	2.854	0.003	No Significativa
	773	450	2.857	2.864	0.007	No Significativa
773	350	2.857	2.770	0.087	Significativa	
Zona 3	873	773	2.884	2.857	0.027	No Significativa
	900	873	2.908	2.884	0.024	No Significativa
	900	773	2.908	2.857	0.050	No Significativa

Tabla LXVI. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la coordenada L^* del color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

Zona	Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	L^*1	L^*2	Diferencia	
Zona 1	110	25	89.14	92.84	3.70	Significativa
	190	110	88.15	89.14	0.99	No Significativa
	190	25	88.15	92.84	4.69	Significativa
	280	190	86.76	88.15	1.39	No Significativa
	280	110	86.76	89.14	2.38	No Significativa
	280	25	86.76	92.84	6.08	Significativa
	350	280	83.60	86.76	3.16	No Significativa
	350	190	83.60	88.15	4.55	Significativa
	350	110	83.60	89.14	5.54	Significativa
	350	25	83.60	92.84	9.24	Significativa
Zona 2	450	350	81.93	83.60	1.67	No Significativa
	550	450	82.75	81.93	0.81	No Significativa
	550	350	82.75	83.60	0.86	No Significativa
	573	550	83.52	82.75	0.78	No Significativa
	573	450	83.52	81.93	1.59	No Significativa
	573	350	83.52	83.60	0.08	No Significativa
	673	573	85.55	83.52	2.02	No Significativa
	673	550	85.55	82.75	2.80	No Significativa
	673	450	85.55	81.93	3.61	Significativa
	673	350	85.55	83.60	1.94	No Significativa
	773	673	87.16	85.55	1.61	No Significativa
	773	573	87.16	83.52	3.63	Significativa
	773	550	87.16	82.75	4.41	Significativa
	773	450	87.16	81.93	5.22	Significativa
773	350	87.16	83.60	3.55	Significativa	
Zona 3	873	773	87.68	87.16	0.53	No Significativa
	900	873	87.31	87.68	0.37	No Significativa
	900	773	87.31	87.16	0.15	No Significativa

Tabla LXVII. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la coordenada a^* del color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

Zona	Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	a^*1	a^*2	Diferencia	
Zona 1	110	25	-1.33	-0.83	0.50	No Significativa
	190	110	-1.27	-1.33	0.06	No Significativa
	190	25	-1.27	-0.83	0.44	No Significativa
	280	190	-0.65	-1.27	0.62	No Significativa
	280	110	-0.65	-1.33	0.68	Significativa
	280	25	-0.65	-0.83	0.18	No Significativa
	350	280	-0.46	-0.65	0.19	No Significativa
	350	190	-0.46	-1.27	0.81	Significativa
	350	110	-0.46	-1.33	0.87	Significativa
	350	25	-0.46	-0.83	0.37	No Significativa
Zona 2	450	350	0.45	-0.46	0.91	Significativa
	550	450	0.75	0.45	0.29	No Significativa
	550	350	0.75	-0.46	1.21	Significativa
	573	550	0.90	0.75	0.15	No Significativa
	573	450	0.90	0.45	0.44	No Significativa
	573	350	0.90	-0.46	1.36	Significativa
	673	573	1.54	0.90	0.64	No Significativa
	673	550	1.54	0.75	0.79	Significativa
	673	450	1.54	0.45	1.08	Significativa
	673	350	1.54	-0.46	2.00	Significativa
	773	673	2.08	1.54	0.54	No Significativa
	773	573	2.08	0.90	1.18	Significativa
	773	550	2.08	0.75	1.33	Significativa
	773	450	2.08	0.45	1.62	Significativa
773	350	2.08	-0.46	2.54	Significativa	
Zona 3	873	773	2.25	2.08	0.18	No Significativa
	900	873	2.82	2.25	0.56	No Significativa
	900	773	2.82	2.08	0.74	Significativa

Tabla LXVIII. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la coordenada b^* del color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

Zona	Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	b^*1	b^*2	Diferencia	
Zona 1	110	25	8.74	8.08	0.66	No Significativa
	190	110	8.39	8.74	0.35	No Significativa
	190	25	8.39	8.08	0.31	No Significativa
	280	190	7.88	8.39	0.50	No Significativa
	280	110	7.88	8.74	0.85	No Significativa
	280	25	7.88	8.08	0.20	No Significativa
	350	280	6.62	7.88	1.26	No Significativa
	350	190	6.62	8.39	1.77	No Significativa
	350	110	6.62	8.74	2.12	Significativa
	350	25	6.62	8.08	1.46	No Significativa
Zona 2	450	350	10.46	6.62	3.84	Significativa
	550	450	13.08	10.46	2.62	Significativa
	550	350	13.08	6.62	6.46	Significativa
	573	550	13.35	13.08	0.27	No Significativa
	573	450	13.35	10.46	2.88	Significativa
	573	350	13.35	6.62	6.73	Significativa
	673	573	13.46	13.35	0.12	No Significativa
	673	550	13.46	13.08	0.38	No Significativa
	673	450	13.46	10.46	3.00	Significativa
	673	350	13.46	6.62	6.84	Significativa
	773	673	14.25	13.46	0.79	No Significativa
	773	573	14.25	13.35	0.90	No Significativa
	773	550	14.25	13.08	1.17	No Significativa
	773	450	14.25	10.46	3.79	Significativa
773	350	14.25	6.62	7.63	Significativa	
Zona 3	873	773	16.66	14.25	2.41	Significativa
	900	873	18.32	16.66	1.66	No Significativa
	900	773	18.32	14.25	4.07	Significativa

Tabla LXIX. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la pérdida de peso del CAOLÍN HIDROTERMAL

Zona	Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	Pérdida de peso 1 (%)	Pérdida de peso 2 (%)	Diferencia	
Zona 1	110	25	97.39%	100.00%	2.61%	Significativa
	190	110	96.90%	97.39%	0.49%	No Significativa
	190	25	96.90%	100.00%	3.10%	Significativa
	280	190	96.29%	96.90%	0.61%	No Significativa
	280	110	96.29%	97.39%	1.10%	Significativa
	280	25	96.29%	100.00%	3.71%	Significativa
	350	280	95.74%	96.29%	0.55%	No Significativa
	350	190	95.74%	96.90%	1.16%	Significativa
	350	110	95.74%	97.39%	1.65%	Significativa
	350	25	95.74%	100.00%	4.26%	Significativa
Zona 2	450	350	95.22%	95.74%	0.52%	No Significativa
	550	450	94.34%	95.22%	0.87%	No Significativa
	550	350	94.34%	95.74%	1.39%	Significativa
	573	550	93.76%	94.34%	0.58%	No Significativa
	573	450	93.76%	95.22%	1.45%	Significativa
	573	350	93.76%	95.74%	1.97%	Significativa
	673	573	93.10%	93.76%	0.66%	No Significativa
	673	550	93.10%	94.34%	1.24%	Significativa
	673	450	93.10%	95.22%	2.12%	Significativa
	673	350	93.10%	95.74%	2.64%	Significativa
	773	673	92.28%	93.10%	0.82%	No Significativa
	773	573	92.28%	93.76%	1.48%	Significativa
	773	550	92.28%	94.34%	2.06%	Significativa
	773	450	92.28%	95.22%	2.93%	Significativa
773	350	92.28%	95.74%	3.45%	Significativa	
Zona 3	873	773	90.51%	92.28%	1.78%	Significativa
	900	873	90.28%	90.51%	0.23%	No Significativa
	900	773	90.28%	92.28%	2.00%	Significativa

Tabla LXX. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la densidad del CAOLÍN HIDROTERMAL

Zona	Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	Densidad 1 (g/cc)	Densidad 2 (g/cc)	Diferencia	
Zona 1	110	25	2.230	2.200	0.030	No Significativa
	190	110	2.246	2.230	0.016	No Significativa
	190	25	2.246	2.200	0.046	No Significativa
	280	190	2.262	2.246	0.016	No Significativa
	280	110	2.262	2.230	0.032	No Significativa
	280	25	2.262	2.200	0.062	No Significativa
	350	280	2.293	2.262	0.031	No Significativa
	350	190	2.293	2.246	0.047	No Significativa
	350	110	2.293	2.230	0.063	No Significativa
	350	25	2.293	2.200	0.093	Significativa
Zona 2	450	350	2.508	2.293	0.215	Significativa
	550	450	2.637	2.508	0.128	Significativa
	550	350	2.637	2.293	0.343	Significativa
	573	550	2.637	2.637	0.000	No Significativa
	573	450	2.637	2.508	0.128	Significativa
	573	350	2.637	2.293	0.343	Significativa
	673	573	2.640	2.637	0.003	No Significativa
	673	550	2.640	2.637	0.003	No Significativa
	673	450	2.640	2.508	0.132	Significativa
	673	350	2.640	2.293	0.347	Significativa
	773	673	2.643	2.640	0.003	No Significativa
	773	573	2.643	2.637	0.007	No Significativa
	773	550	2.643	2.637	0.007	No Significativa
	773	450	2.643	2.508	0.135	Significativa
773	350	2.643	2.293	0.350	Significativa	
Zona 3	873	773	2.855	2.643	0.212	Significativa
	900	873	2.906	2.855	0.050	No Significativa
	900	773	2.906	2.643	0.262	Significativa

Tabla LXXI. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la coordenada L^* del color del CAOLÍN HIDROTHERMAL

Zona	Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	L^*1	L^*2	Diferencia	
Zona 1	110	25	78.58	85.29	6.71	Significativa
	190	110	76.29	78.58	2.28	No Significativa
	190	25	76.29	85.29	9.00	Significativa
	280	190	70.41	76.29	5.88	Significativa
	280	110	70.41	78.58	8.16	Significativa
	280	25	70.41	85.29	14.88	Significativa
	350	280	59.05	70.41	11.36	Significativa
	350	190	59.05	76.29	17.24	Significativa
	350	110	59.05	78.58	19.53	Significativa
	350	25	59.05	85.29	26.24	Significativa
Zona 2	450	350	64.50	59.05	5.45	Significativa
	550	450	76.81	64.50	12.30	Significativa
	550	350	76.81	59.05	17.76	Significativa
	573	550	78.14	76.81	1.33	No Significativa
	573	450	78.14	64.50	13.63	Significativa
	573	350	78.14	59.05	19.09	Significativa
	673	573	84.78	78.14	6.65	Significativa
	673	550	84.78	76.81	7.98	Significativa
	673	450	84.78	64.50	20.28	Significativa
	673	350	84.78	59.05	25.73	Significativa
	773	673	84.94	84.78	0.16	No Significativa
	773	573	84.94	78.14	6.80	Significativa
	773	550	84.94	76.81	8.13	Significativa
	773	450	84.94	64.50	20.44	Significativa
773	350	84.94	59.05	25.89	Significativa	
Zona 3	873	773	87.35	84.94	2.41	No Significativa
	900	873	87.93	87.35	0.58	No Significativa
	900	773	87.93	84.94	2.99	No Significativa

Tabla LXXII. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la coordenada a^* del color del CAOLÍN HIDROTERMAL

Zona	Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	a^*1	a^*2	Diferencia	
Zona 1	110	25	0.99	0.80	0.19	No Significativa
	190	110	1.03	0.99	0.04	No Significativa
	190	25	1.03	0.80	0.23	No Significativa
	280	190	2.53	1.03	1.50	Significativa
	280	110	2.53	0.99	1.55	Significativa
	280	25	2.53	0.80	1.73	Significativa
	350	280	3.04	2.53	0.50	No Significativa
	350	190	3.04	1.03	2.01	Significativa
	350	110	3.04	0.99	2.05	Significativa
	350	25	3.04	0.80	2.24	Significativa
Zona 2	450	350	3.21	3.04	0.17	No Significativa
	550	450	4.45	3.21	1.24	Significativa
	550	350	4.45	3.04	1.41	Significativa
	573	550	5.01	4.45	0.56	No Significativa
	573	450	5.01	3.21	1.80	Significativa
	573	350	5.01	3.04	1.98	Significativa
	673	573	5.12	5.01	0.11	No Significativa
	673	550	5.12	4.45	0.67	No Significativa
	673	450	5.12	3.21	1.91	Significativa
	673	350	5.12	3.04	2.08	Significativa
	773	673	4.31	5.12	0.81	Significativa
	773	573	4.31	5.01	0.70	Significativa
	773	550	4.31	4.45	0.14	No Significativa
	773	450	4.31	3.21	1.10	Significativa
773	350	4.31	3.04	1.27	Significativa	
Zona 3	873	773	4.21	4.31	0.10	No Significativa
	900	873	4.90	4.21	0.69	Significativa
	900	773	4.90	4.31	0.59	No Significativa

Tabla LXXIII. Datos del análisis de comparaciones de parejas medias de Tukey entre temperaturas de deshidroxilación para los valores de la coordenada b^* del color del CAOLÍN DE TOBA TRITURADA

Zona	Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	b^*1	b^*2	Diferencia	
Zona 1	110	25	14.02	11.46	2.56	Significativa
	190	110	13.30	14.02	0.72	No Significativa
	190	25	13.30	11.46	1.84	No Significativa
	280	190	13.07	13.30	0.23	No Significativa
	280	110	13.07	14.02	0.95	No Significativa
	280	25	13.07	11.46	1.61	No Significativa
	350	280	11.27	13.07	1.79	No Significativa
	350	190	11.27	13.30	2.03	Significativa
	350	110	11.27	14.02	2.74	Significativa
	350	25	11.27	11.46	0.19	No Significativa
Zona 2	450	350	12.57	11.27	1.29	No Significativa
	550	450	16.05	12.57	3.49	Significativa
	550	350	16.05	11.27	4.78	Significativa
	573	550	16.56	16.05	0.50	No Significativa
	573	450	16.56	12.57	3.99	Significativa
	573	350	16.56	11.27	5.28	Significativa
	673	573	16.87	16.56	0.32	No Significativa
	673	550	16.87	16.05	0.82	No Significativa
	673	450	16.87	12.57	4.31	Significativa
	673	350	16.87	11.27	5.60	Significativa
	773	673	16.44	16.87	0.44	No Significativa
	773	573	16.44	16.56	0.12	No Significativa
	773	550	16.44	16.05	0.38	No Significativa
	773	450	16.44	12.57	3.87	Significativa
773	350	16.44	11.27	5.16	Significativa	
Zona 3	873	773	13.83	16.44	2.61	Significativa
	900	873	15.38	13.83	1.55	No Significativa
	900	773	15.38	16.44	1.06	No Significativa

Tabla LXXIV. Efectos lineales y variables dependientes del modelo de regresión lineal de la pérdida de peso y densidad en función de las coordenadas del color $L^*a^*b^*$

Corrida	L	a	b	La	Lb	ab	Lab	Pérdida de peso (%)	Densidad (g/ml)
1	85.3	0.8	11.5	68.2	977.4	9.2	781.9	100.0%	2.20
	77.1	1.1	15.3	84.8	1177.6	16.8	1295.4	97.5%	2.22
	78.1	1.4	13.6	109.3	1061.6	19.0	1486.3	97.1%	2.26
	70.3	2.5	13.3	176.4	932.4	33.3	2340.2	96.0%	2.26
	60.1	2.9	10.8	174.3	650.2	31.4	1885.5	95.2%	2.29
	65.4	3.2	10.6	209.3	690.0	33.8	2207.9	94.6%	2.55
	78.9	4.3	15.0	339.1	1183.7	64.5	5089.9	94.2%	2.71
	78.9	5.0	16.7	393.7	1313.7	83.1	6555.3	93.3%	2.58
	87.4	4.5	15.5	396.8	1357.3	70.5	6162.2	92.9%	2.61
	86.5	4.2	16.4	364.0	1416.4	69.0	5963.0	92.3%	2.63
	87.1	3.9	12.5	336.3	1091.6	48.4	4213.6	90.5%	2.83
88.0	4.9	14.7	430.5	1297.7	72.1	6345.8	90.3%	2.92	
2	85.3	0.8	11.5	68.2	977.4	9.2	781.9	100.0%	2.20
	78.0	0.9	13.1	67.9	1025.1	11.4	891.8	97.3%	2.22
	75.7	1.1	13.3	83.3	1008.3	14.7	1109.2	96.9%	2.23
	69.1	2.8	12.5	190.7	865.8	34.6	2389.7	96.4%	2.28
	59.4	3.1	10.8	183.5	641.5	33.4	1982.3	95.7%	2.32
	62.1	3.4	12.2	213.0	756.4	41.8	2594.4	95.3%	2.53
	75.8	4.8	16.6	360.0	1256.4	78.8	5968.1	94.1%	2.57
	78.5	5.2	17.0	408.2	1335.3	88.5	6943.5	93.2%	2.63
	82.9	5.6	18.0	462.6	1489.7	100.3	8312.6	92.9%	2.62
	85.0	4.7	17.0	399.3	1441.6	79.8	6775.5	92.6%	2.71
	86.7	4.6	15.6	394.3	1354.7	71.1	6163.7	90.7%	2.86
89.7	4.4	16.0	394.9	1435.8	70.4	6317.7	90.5%	2.92	
3	85.3	0.8	11.5	68.2	977.4	9.2	781.9	100.0%	2.20
	80.6	1.0	13.6	79.8	1099.4	13.5	1088.4	97.4%	2.25
	75.1	0.6	13.0	44.3	975.1	7.7	575.3	96.7%	2.25
	71.9	2.3	13.4	167.5	963.2	31.2	2244.2	96.5%	2.24
	57.7	3.1	12.2	179.9	703.5	38.1	2194.8	96.4%	2.27
	66.0	3.0	15.0	198.0	988.2	44.9	2964.5	95.7%	2.45
	75.8	4.3	16.6	325.9	1255.7	71.3	5399.4	94.8%	2.63
	77.0	4.9	16.0	373.5	1232.9	77.6	5979.7	94.7%	2.70
	84.1	5.2	17.1	440.4	1438.9	89.7	7540.0	93.5%	2.69
	83.4	4.0	16.0	335.3	1331.1	64.2	5350.9	92.0%	2.59
	88.3	4.2	13.3	371.6	1176.5	56.1	4953.1	90.3%	2.87
86.0	5.4	15.4	464.5	1324.7	83.2	7153.4	90.0%	2.88	

Tabla LXXV. Efectos cuadráticos del modelo de regresión lineal de la pérdida de peso y densidad en función de las coordenadas del color $L^*a^*b^*$

Corrida	L^2a	L^2b	La^2	a^2b	Lb^2	ab^2
1	5819.5	83364.4	54.6	7.3	11201.3	105.1
	6542.2	90818.2	93.3	18.5	17982.3	256.5
	8530.7	82869.7	153.0	26.7	14438.0	258.9
	12390.5	65506.9	442.6	83.6	12372.3	442.0
	10471.3	39068.9	505.4	91.0	7034.9	339.5
	13686.9	45124.0	669.7	108.0	7279.2	356.2
	26741.3	93345.7	1458.1	277.5	17767.2	968.8
	31063.8	103649.7	1964.6	414.6	21872.9	1383.3
	34680.0	118629.9	1801.5	320.1	21079.2	1095.0
	31478.4	122474.3	1532.6	290.3	23200.3	1129.6
	29297.0	95101.4	1298.1	186.7	13677.9	606.0
	37902.6	114250.4	2105.2	352.5	19128.2	1062.4
2	5819.5	83364.4	54.6	7.3	11201.3	105.1
	5294.4	79964.3	59.0	9.9	13469.2	150.2
	6303.5	76330.1	91.6	16.1	13430.9	195.2
	13178.5	59828.4	526.4	95.4	10848.8	433.3
	10902.6	38106.3	567.2	103.1	6928.4	360.4
	13227.5	46971.1	730.6	143.3	9212.7	508.8
	27277.4	95212.4	1709.8	374.1	20831.6	1305.8
	32043.7	104819.9	2122.6	460.0	22713.2	1504.6
	38348.0	123497.2	2581.2	559.5	26770.1	1801.9
	33917.6	122464.0	1876.5	374.9	24464.0	1353.5
	34178.2	117407.7	1794.3	323.6	21173.2	1111.6
	35434.4	128852.3	1737.4	309.8	22973.4	1126.4
3	5819.5	83364.4	54.6	7.3	11201.3	105.1
	6431.4	88610.4	79.0	13.4	14995.6	184.2
	3329.4	73246.3	26.1	4.5	12656.2	99.4
	12038.5	69234.2	390.2	72.7	12906.8	418.4
	10373.0	40561.0	561.3	118.8	8582.1	464.4
	13072.0	65229.1	594.1	134.7	14792.9	672.3
	24693.2	95155.0	1401.2	306.4	20806.5	1180.6
	28763.1	94947.9	1811.5	376.6	19739.2	1243.2
	37017.5	120942.6	2307.8	470.1	24634.6	1535.8
	27961.4	111010.7	1347.8	257.9	21243.8	1024.0
	32795.2	103838.4	1564.3	236.3	15682.8	748.1
	39957.0	113951.4	2508.3	449.1	20400.5	1280.7

Tabla LXXVI. Efectos cuadráticos y cúbicos simples del modelo de regresión lineal de la pérdida de peso y densidad en función de las coordenadas del color L*a*b*

Corrida	L^2	a^2	b^2	L^3	a^3	b^3
1	7274.4	0.6	131.3	620432.2	0.5	1505.1
	5947.5	1.2	233.2	458670.8	1.3	3560.6
	6093.4	2.0	185.0	475648.0	2.7	2515.5
	4936.5	6.3	176.1	346836.2	15.8	2336.8
	3610.8	8.4	117.1	216973.5	24.4	1266.7
	4277.2	10.2	111.3	279726.3	32.8	1174.2
	6218.9	18.5	225.3	490422.4	79.5	3381.8
	6225.2	24.9	277.2	491169.1	124.3	4615.8
	7638.8	20.6	241.2	667627.6	93.6	3745.5
	7477.1	17.7	268.3	646541.5	74.6	4394.8
	7589.9	14.9	157.0	661231.6	57.5	1967.2
7751.0	23.9	217.3	682401.7	116.9	3202.5	
2	7274.4	0.6	131.3	620432.2	0.5	1505.1
	6085.6	0.8	172.7	474734.5	0.7	2268.7
	5730.5	1.2	177.4	433798.1	1.3	2363.3
	4774.8	7.6	157.0	329939.4	21.0	1967.2
	3528.4	9.5	116.6	209584.6	29.5	1259.7
	3856.4	11.8	148.4	239483.1	40.4	1806.9
	5742.6	22.6	274.9	435174.9	107.2	4557.8
	6162.3	27.0	289.3	483736.6	140.6	4921.7
	6872.4	31.1	322.9	569722.8	173.7	5802.9
	7216.5	22.1	288.0	613041.9	103.8	4887.0
	7511.7	20.7	244.3	651038.1	94.2	3818.4
8053.3	19.4	256.0	722700.2	85.2	4096.0	
3	7274.4	0.6	131.3	620432.2	0.5	1505.1
	6496.4	1.0	186.0	523606.6	1.0	2537.7
	5643.0	0.3	168.5	423903.2	0.2	2186.9
	5166.7	5.4	179.6	371384.9	12.6	2406.1
	3324.7	9.7	148.8	191700.8	30.4	1815.8
	4357.3	9.0	224.1	287626.7	27.0	3354.8
	5742.6	18.5	274.6	435174.9	79.5	4549.5
	5930.5	23.5	256.3	456710.9	114.1	4103.7
	7064.4	27.5	293.1	593763.0	143.9	5017.8
	6955.6	16.2	254.7	580093.7	65.0	4065.4
	7789.8	17.7	177.7	687530.2	74.6	2368.6
7399.4	29.2	237.2	636499.9	157.5	3652.3	


```

REGRESSION
/MISSING LISTWISE
/STATISTICS COEFF OUTS R ANOVA
/CRITERIA=PIN(.05) POUT(.10)
/NOORIGIN
/DEPENDENT PP
/METHOD=STEPWISE L a b L2 a2 b2 La Lb ab L2a L2b La2 a2b Lb2 ab2 L3 a3 b3 Lab.

```

Regression

Notes

Output Created		2009-09-15T19:28:23.545
Comments		
Input	Active Dataset	DataSet0
	Filter	<none>
	Weight	<none>
	Split File	<none>
	N of Rows in Working Data File	36
Missing Value Handling	Definition of Missing	User-defined missing values are treated as missing.
	Cases Used	Statistics are based on cases with no missing values for any variable used.
Syntax		<pre> REGRESSION /MISSING LISTWISE /STATISTICS COEFF OUTS R ANOVA /CRITERIA=PIN(.05) POUT(.10) /NOORIGIN /DEPENDENT PP /METHOD=STEPWISE L a b L2 a2 b2 La Lb ab L2a L2b La2 a2b Lb2 ab2 L3 a3 b3 Lab. </pre>

[DataSet0]

Variables Entered/Removed^a

Model	Variables Entered	Variables Removed	Method
1	L2a		Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).
2	b		Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).
3	a3		Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).
4	a		Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).
5	a2		Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).

a. Dependent Variable: PP

Model Summary

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	.937 ^a	.878	.875	.01514
2	.947 ^b	.897	.891	.01414
3	.955 ^c	.912	.904	.01330
4	.966 ^d	.934	.925	.01172
5	.971 ^e	.943	.933	.01109

a. Predictors: (Constant), L2a

b. Predictors: (Constant), L2a, b

c. Predictors: (Constant), L2a, b, a3

d. Predictors: (Constant), L2a, b, a3, a

e. Predictors: (Constant), L2a, b, a3, a, a2

Coefficients^a

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients
		B	Std. Error	Beta
1	(Constant)	.953	.003	
	L2a	-3.651E-6	.000	-.937
2	(Constant)	.990	.015	
	L2a	-2.547E-6	.000	-.654
	b	-.004	.001	-.315
3	(Constant)	.990	.015	
	L2a	-3.276E-6	.000	-.841
	b	-.004	.001	-.328
	a3	.001	.001	.233
4	(Constant)	1.000	.013	
	L2a	-1.788E-5	.000	-4.590
	b	-.005	.001	-.457
	a3	.002	.001	.381
	a	.112	.035	3.742
5	(Constant)	.993	.013	
	L2a	-1.777E-5	.000	-4.562
	b	-.004	.001	-.335
	a3	.004	.001	.770
	a	.106	.033	3.540
	a2	-.006	.003	-.356

a. Dependent Variable: PP

```

REGRESSION
/MISSING LISTWISE
/STATISTICS COEFF OUTS R ANOVA
/CRITERIA=PIN(.05) POUT(.10)
/NOORIGIN
/DEPENDENT D
/METHOD=STEPWISE L a b L2 a2 b2 La Lb ab L2a L2b La2 a2b Lb2 ab2 L3 a3 b3 Lab.

```

Regression

Notes

Output Created		2009-09-15T19:30:52.322
Comments		
Input	Active Dataset	DataSet0
	Filter	<none>
	Weight	<none>
	Split File	<none>
	N of Rows in Working Data File	36
Missing Value Handling	Definition of Missing	User-defined missing values are treated as missing.
	Cases Used	Statistics are based on cases with no missing values for any variable used.
Syntax		REGRESSION /MISSING LISTWISE /STATISTICS COEFF OUTS R ANOVA /CRITERIA=PIN(.05) POUT(.10) /NOORIGIN /DEPENDENT D /METHOD=STEPWISE L a b L2 a2 b2 La Lb ab L2a L2b La2 a2b Lb2 ab2 L3 a3 b3 Lab.

[DataSet0]

Variables Entered/Removed^a

Model	Variables Entered	Variables Removed	Method
1	L2a	.	Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).
2	L	.	Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).
3	a2	.	Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).
4	a	.	Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).

a. Dependent Variable: D

Model Summary

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	.801 ^a	.642	.632	.16246
2	.945 ^b	.893	.887	.09014
3	.956 ^c	.914	.906	.08227
4	.961 ^d	.924	.915	.07824

a. Predictors: (Constant), L2a

b. Predictors: (Constant), L2a, L

c. Predictors: (Constant), L2a, L, a2

d. Predictors: (Constant), L2a, L, a2, a

Coefficients^a

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients
		B	Std. Error	Beta
1	(Constant)	2.612	.029	
	L2a	1.952E-5	.000	.801
2	(Constant)	6.188	.407	
	L2a	1.709E-5	.000	.702
	L	-.041	.005	-.511
3	(Constant)	5.439	.460	
	L2a	2.267E-5	.000	.931
	L	-.032	.005	-.397
	a2	-.029	.011	-.275
4	(Constant)	5.118	.463	
	L2a	8.631E-5	.000	3.544
	L	-.028	.006	-.346
	a2	-.041	.011	-.382
	a	-.473	.226	-2.526

a. Dependent Variable: D

```

REGRESSION
/MISSING LISTWISE
/STATISTICS COEFF OUTS R ANOVA
/CRITERIA=PIN(.05) POUT(.10)
/NOORIGIN
/DEPENDENT PP
/METHOD=STEPWISE L a b L2 a2 b2 La Lb ab L2a L2b La2 a2b Lb2 ab2 L3 a3 b3 Lab.

```

Regression

Notes		
Output Created		2009-09-15T19:33:43.267
Comments		
Input	Active Dataset	DataSet0
	Filter	<none>
	Weight	<none>
	Split File	<none>
	N of Rows in Working Data File	36
Missing Value Handling	Definition of Missing	User-defined missing values are treated as missing.
	Cases Used	Statistics are based on cases with no missing values for any variable used.
Syntax	<pre> REGRESSION /MISSING LISTWISE /STATISTICS COEFF OUTS R ANOVA /CRITERIA=PIN(.05) POUT(.10) /NOORIGIN /DEPENDENT PP /METHOD=STEPWISE L a b L2 a2 b2 La Lb ab L2a L2b La2 a2b Lb2 ab2 L3 a3 b3 Lab. </pre>	

[DataSet0]

Variables Entered/Removed^a

Model	Variables Entered	Variables Removed	Method
1	L2a		Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).
2	ab2		Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).
3	L3		Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).
4	b3		Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).

a. Dependent Variable: PP

Model Summary

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	.891 ^a	.794	.788	.01292
2	.922 ^b	.850	.841	.01119
3	.952 ^c	.907	.898	.00896
4	.970 ^d	.940	.933	.00729

a. Predictors: (Constant), L2a

b. Predictors: (Constant), L2a, ab2

c. Predictors: (Constant), L2a, ab2, L3

d. Predictors: (Constant), L2a, ab2, L3, b3

Coefficients^a

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients
		B	Std. Error	Beta
1	(Constant)	.988	.004	
	L2a	-2.007E-6	.000	-.891
2	(Constant)	.989	.004	
	L2a	-3.278E-6	.000	-1.456
	ab2	3.402E-5	.000	.612
3	(Constant)	.969	.005	
	L2a	-4.374E-6	.000	-1.943
	ab2	5.223E-5	.000	.940
	L3	5.981E-8	.000	.327
4	(Constant)	.976	.005	
	L2a	-5.916E-6	.000	-2.627
	ab2	.000	.000	2.062
	L3	1.030E-7	.000	.562
	b3	-1.395E-5	.000	-.643

a. Dependent Variable: PP

```

REGRESSION
/MISSING LISTWISE
/STATISTICS COEFF OUTS R ANOVA
/CRITERIA=PIN(.05) POUT(.10)
/NOORIGIN
/DEPENDENT D
/METHOD=STEPWISE L a b L2 a2 b2 La Lb ab L2a L2b La2 a2b Lb2 ab2 L3 a3 b3 Lab.

```

Regression

Notes

Output Created		2009-09-15T19:37:01.402
Comments		
Input	Active Dataset	DataSet0
	Filter	<none>
	Weight	<none>
	Split File	<none>
	N of Rows in Working Data File	36
Missing Value Handling	Definition of Missing	User-defined missing values are treated as missing.
	Cases Used	Statistics are based on cases with no missing values for any variable used.
Syntax		REGRESSION /MISSING LISTWISE /STATISTICS COEFF OUTS R ANOVA /CRITERIA=PIN(.05) POUT(.10) /NOORIGIN /DEPENDENT D /METHOD=STEPWISE L a b L2 a2 b2 La Lb ab L2a L2b La2 a2b Lb2 ab2 L3 a3 b3 Lab.

[DataSet0]

Variables Entered/Removed^a

Model	Variables Entered	Variables Removed	Method
1	L2a		Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).
2	Lab		Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).
3	ab		Stepwise (Criteria: Probability-of-F-to-enter <= .050, Probability-of-F-to-remove >= .100).

a. Dependent Variable: D

Model Summary

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	.923 ^a	.851	.847	.09643
2	.945 ^b	.893	.887	.08291
3	.953 ^c	.908	.900	.07796

a. Predictors: (Constant), L2a

b. Predictors: (Constant), L2a, Lab

c. Predictors: (Constant), L2a, Lab, ab

Coefficients^a

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients
		B	Std. Error	Beta
1	(Constant)	2.127	.032	
	L2a	1.823E-5	.000	.923
2	(Constant)	2.119	.027	
	L2a	3.680E-5	.000	1.862
	Lab	-9.645E-5	.000	-.961
3	(Constant)	2.066	.034	
	L2a	4.599E-5	.000	2.327
	Lab	.000	.000	-2.428
	ab	.009	.004	1.025

a. Dependent Variable: D