

Estudio cinético-químico-morfológico de residuos silicoaluminicos con ácido acético Kinetic-chemical-morphological study of silicoaluminous residues treated with acetic acid

N. Viveros-Vargas ^{a,*}, F. Legorreta-García ^a, L. E. Trujillo-Villanueva ^a, E. A. Chávez-Urbiola ^b,
J.A. Cobos-Murcia ^a, M. G. Guerrero-Olvera ^a

^a Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, 42184, Pachuca, Hidalgo, México.

^b Instituto Politécnico Nacional (IPN), Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada (CICATA-Querétaro), 76090, Santiago de Querétaro, Querétaro, México.

Resumen

En este trabajo se evaluó un residuo silicoaluminico procedente de Zempoala, Hidalgo, mediante un tratamiento combinado de desmagnetización húmeda y lixiviación con ácido acético. El objetivo fue mejorar su pureza sin alterar la estructura mineral, con miras a su uso como precursor cerámico. La separación magnética redujo de manera marcada el contenido de Fe y Mn, lo que se confirmó por FRX, LIBS y EDS. La posterior lixiviación permitió una remoción adicional de Fe y Ca a 140 °C, mientras que los elementos traza mostraron variaciones menores. El silicio permaneció prácticamente constante y el aluminio disminuyó moderadamente, lo que indica que la matriz aluminosilicatada se mantiene estable durante el proceso. El DRX mostró que las fases principales (cuarzo y feldespatos) no se modificaron tras 7 h de tratamiento. La distribución de tamaño de partícula presentó un ligero desplazamiento hacia diámetros menores y el índice de blancura aumentó desde la desmagnetización hasta el final de la lixiviación, alcanzando valores cercanos al 64 %, compatibles con su uso como precursor para cerámicos tradicionales.

Palabras Clave: Silicoaluminato, Desmagnetización, Lixiviación, Ácido acético, Cerámicos.

Abstract

This study evaluates a silico-aluminous residue from Zempoala, Hidalgo, using a combined process of wet magnetic separation and acetic-acid leaching. The objective was to increase the material's purity while preserving its mineral structure for potential use as a ceramic precursor. Magnetic separation significantly reduced Fe and Mn, as confirmed by XRF, LIBS and EDS analyses. Subsequent leaching achieved additional removal of Fe and Ca at 140 °C, whereas trace elements showed minor variations. Silicon remained nearly constant and aluminum decreased moderately, indicating that the aluminosilicate framework remained stable throughout the process. X-ray diffraction revealed that the main crystalline phases (quartz and feldspars) were preserved after 7 h of treatment. A slight shift toward smaller particle sizes was observed, and the whiteness index increased from the magnetic separation stage to the end of leaching, which are compatible with its use as a precursor for traditional ceramic.

Keywords: Sand, Silicoaluminates, Demagnetization, Leaching, Acetic Acid, Ceramics.

1. Introducción

La minería y el procesamiento de agregados generan grandes volúmenes de residuos finos cuya disposición inadecuada provoca dispersión de polvo, deterioro ambiental y afectaciones a la salud de comunidades cercanas (Yassin et

al., 2023). En el estado de Hidalgo, México, estos residuos provienen principalmente de arenas feldespáticas y presentan altos contenidos de SiO₂ y Al₂O₃, acompañados mayoritariamente de óxidos de hierro, calcio y manganeso (Carreño et al., 2019). Debido a su composición, estos materiales tienen un potencial relevante como precursores

*Autor para la correspondencia: viverosnidia@gmail.com

Correo electrónico: viverosnidia@gmail.com (Nidia Viveros-Vargas), felegorreta@hotmail.com (Felipe Legorreta-García), lalink@live.com.mx (Luis Eduardo Trujillo Villanueva), eachavezu@ipn.mx (Edgar Arturo Chávez Urbiola), jose_cobos@uaeh.edu.mx (José Ángel Cobos Murcia), guerreroolveram@gmail.com (María Guadalupe Guerrero Olvera)

para cerámicos y zeolitas, siempre que se sometan a procesos adecuados de purificación (Valdez et al., 2022).

La remoción de impurezas metálicas suele realizarse mediante lixiviación con ácidos minerales como HCl o H₂SO₄, los cuales, si bien son efectivos, pueden atacar la red silicatada y generan residuos peligrosos (Ajemba & Onukwuli, 2013; Vapur, 2016). En contraste, los ácidos orgánicos como el acético representan alternativas más compatibles con el medio ambiente. Este tipo de ácidos es capaz de disolver iones metálicos superficiales sin alterar los enlaces Si–O–Si de los silicatos, preservando la estructura del material (Huertas et al., 1999; Salimkhani et al., 2020; Gougazeh, 2022).

Previo al tratamiento químico, los procesos físicos de separación, como la desmagnetización húmeda, permiten remover fracciones ferromagnéticas y mejorar la calidad del sólido inicial. Herrera et al. (2021) demostraron que esta técnica reduce de manera efectiva el contenido de Fe y Ti en residuos mineros, lo que facilita su posterior purificación química.

Diversos estudios han explorado la purificación de feldespatos y materiales silicatados mediante ácidos orgánicos con fines cerámicos. Vapur et al. (2017) evaluaron la eliminación de impurezas coloreadas ricas en hierro en feldespatos mediante lixiviación con ácidos orgánicos, analizando la eficiencia del proceso en función del tipo de ácido y las condiciones de tratamiento, sin considerar etapas previas de separación física. Posteriormente, Salimkhani et al. (2020) estudiaron el efecto del medio de lixiviación y la temperatura sobre polvos comerciales de K-feldespato, enfocándose en los cambios superficiales y estructurales inducidos por el tratamiento químico bajo condiciones controladas y con materias primas de composición definida. De manera similar, Gougazeh (2022) reportó la beneficiación de un feldespato de baja ley mediante tratamientos físicos y químicos orientados principalmente a mejorar la blancura y reducir el contenido de hierro para aplicaciones cerámicas.

En contraste con trabajos previos enfocados en feldespatos comerciales o materiales previamente beneficiados, el presente estudio se centra en un residuo silicoaluminico real de arena usada en la industria de la construcción, tratado directamente tal como se genera, sin etapas previas de selección o enriquecimiento mineral. Se propone y aplica un tratamiento combinado que integra una etapa física de desmagnetización húmeda seguida de lixiviación con ácido acético, con el objetivo de evaluar los cambios físicos, químicos y estructurales inducidos por el proceso y determinar el potencial del material purificado como precursor en aplicaciones cerámicas tradicionales y avanzadas.

2. Metodología

2.1. Material

El material utilizado corresponde a arena empleada comúnmente en actividades de construcción, otorgada por la empresa Mina El Ejido ubicada en el municipio de Zempoala, Hidalgo (México). La muestra se tamizó con una malla No. 400 (38 µm) para homogenizar el tamaño de partícula antes de análisis y procesos. De acuerdo con estudios previos en la región, este tipo de arena presenta una matriz silicoaluminica con presencia de feldespatos y fases accesorias ricas en hierro (Carreño et al., 2019).

2.2. Desmagnetización

Para eliminar la fracción magnética asociada principalmente a óxidos de hierro como magnetita y hematita, la arena tamizada se sometió a un proceso de separación magnética húmeda. La muestra se dispersó en agua desionizada y se puso en contacto con un imán de neodimio de alta intensidad, retirándose el material atraído por el campo (Herrera et al., 2021).

Durante el proceso de desmagnetización húmeda se emplearon 20 g de arena tamizada dispersos en 2 L de agua desionizada, lo que corresponde a una relación sólido/líquido de 1:100 (g/L), para favorecer una adecuada dispersión de las partículas y un contacto eficiente de las fases ferromagnéticas con el campo magnético, permitiendo la remoción selectiva de especies ricas en hierro.

Una vez concluida la separación magnética, el sólido no magnético se recuperó por filtración y se destinó a la etapa de lixiviación, para este fin, se secó a 90 °C durante 8 h y se almacenó en recipientes herméticos.

2.3. Lixiviación con ácido acético

Se utilizaron 2 g de arena desmagnetizada, tratados con 18 ml de ácido acético glacial 50% (8.7M) en reactores de politetrafluoroetileno (PTFE) de 50 ml. Para cada tiempo de reacción (1 a 7 h), se prepararon siete reactores independientes, cada uno destinado a un tiempo de tratamiento específico. Los reactores se colocaron en una parrilla de calentamiento controlado a 140 °C.

La temperatura de 140 °C fue seleccionada con base en estudios previos de lixiviación ácida a alta presión aplicados a residuos ricos en aluminosilicatos. Zinoveev et al. (2021) reportan que la extracción de aluminio, escandio y elementos de tierras raras aumenta de manera significativa a temperaturas superiores a 110 °C, alcanzando valores elevados en el intervalo de 130–150 °C, mientras que la disolución de silicio se mantiene limitada, evitando la formación de geles de sílice.

Asimismo, el uso de temperaturas mayores a 170 °C no representa mejoras sustanciales en la eficiencia de lixiviación, pero sí implica un mayor consumo energético y posibles fenómenos de reprecipitación de fases ricas en Al y Ti.

Bajo estas condiciones, los reactores de PTFE se mantuvieron cerrados durante todo el tratamiento y se colocaron dentro de un cuerpo de acero inoxidable con tapa roscada, operando bajo condiciones de presión autógena. Esto para evitar la evaporación del ácido acético a la temperatura de usada (140 °C) y así mantener condiciones constantes durante todo el proceso. Al finalizar cada tiempo de lixiviación, los reactores se enfriaron de manera rápida antes de su apertura, evitando pérdidas de solución.

Finalizada la lixiviación, el sólido se lavó con agua desionizada hasta alcanzar un pH ≈ 7 para remover ácido residual y sales solubles, y posteriormente se secó a 90 °C durante 8 h. El uso de ácido acético como agente lixivante se fundamenta en su capacidad para disolver iones metálicos superficiales sin degradar la red Si–O–Si del material (Huertas et al., 1999; Salimkhani et al., 2020; Gougazeh, 2022).

2.4. Caracterización

La caracterización del material se realizó mediante diversas técnicas instrumentales con el propósito de evaluar los cambios químicos, estructurales, superficiales, ópticos y granulométricos asociados a las etapas de desmagnetización y lixiviación.

La estructura cristalina de la arena natural, la fracción desmagnetizada y la muestra lixiviada se analizó mediante difracción de rayos X en un difractor INEL Equinox 2000 con radiación Co K α ; los difractogramas fueron procesados con el software MATCH 3.0 empleando la base de datos PDF-2 Release 2020, con el fin de identificar las fases minerales presentes y posibles modificaciones en su intensidad relativa.

De forma complementaria, la composición elemental superficial se evaluó mediante espectroscopía de plasma inducido por láser (LIBS) utilizando un sistema KEYENCE EA-300 VHX Series, basado en el principio de desintegración inducida por láser, lo que permitió obtener mediciones puntuales representativas de cada etapa del proceso.

La caracterización superficial adicional se realizó mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) operada a 20 kV, a la cual se acopló un detector de energía dispersiva de rayos X (EDS) para obtener la composición química del sólido en su superficie antes y después de los tratamientos de desmagnetización y lixiviación, permitiendo diferenciar claramente los elementos estructurales del aluminosilicato y las impurezas metálicas susceptibles al ataque químico.

Para evaluar cambios en la granulometría inducidos por la lixiviación, la distribución de tamaño de partícula antes y después del tratamiento se determinó mediante difracción láser en un Beckman Coulter LS 13 320 con módulo ULM, obteniéndose curvas acumuladas para comparar el comportamiento de la fracción fina del material en ambas condiciones.

La cuantificación de los elementos móviles en solución (Fe, Ca, Mn, Na, K y Mg) se llevó a cabo mediante ICP-OES utilizando un equipo PerkinElmer Optima 8300. Esta técnica se aplicó únicamente al extracto líquido obtenido después de cada hora de lixiviación, lo que permitió monitorear la evolución química del sólido y reconstruir el contenido remanente de cada elemento a lo largo del proceso.

Finalmente, el efecto óptico asociado a la eliminación de impurezas metálicas se evaluó mediante la determinación del índice de blancura con un espectrofotómetro UV-Vis Ocean Optics USB4000 operado en modo reflectancia difusa en el intervalo 200–1100 nm, lo que permitió cuantificar el incremento en la luminosidad del material tras la desmagnetización y durante la lixiviación. La Figura 1 muestra el esquema metodológico aplicado en este estudio, integrando las etapas de preparación del material, desmagnetización húmeda, lixiviación con ácido acético y caracterización instrumental.

3. Resultados y discusión

Los resultados obtenidos permiten describir y analizar los cambios químicos, estructurales y morfológicos del material derivados de los tratamientos magnético y ácido.

3.1. Composición química (FRX)

La composición química inicial del material se presenta en la Tabla 1, donde se comparan la arena natural, la fracción desmagnetizada obtenida tras la separación magnética y la muestra tratada por lixiviación durante 7 h. En los tres casos, el componente mayoritario es SiO₂, con valores de 71.110 % en la arena natural, 72.529 % después de la desmagnetización y 71.762 % tras 7 h de lixiviación. Este predominio es característico de arenas feldespáticas de origen ígneo presentes en Hidalgo (Carreño et al., 2019).

Figura 1: Diagrama de flujo del procedimiento experimental para el tratamiento de la arena.

La fracción desmagnetizada muestra una considerable disminución en Fe₂O₃ (de 3.089 % a 0.778 %), indicando que la separación magnética fue efectiva en retirar parte de las fases ferrosas asociadas al material. Una tendencia similar se observa en MnO, cuya concentración también se reduce respecto a la muestra original.

La etapa de desmagnetización húmeda permitió remover 2.1 g de material magnético por cada 20 g de arena tratada, lo que corresponde a un 10.5 % en masa respecto a la muestra original. Esta fracción removida se asocia principalmente con fases ricas en hierro y manganeso, lo cual es consistente con la disminución significativa de Fe₂O₃ y MnO observada en los análisis por FRX, así como con la reducción de señales de Fe detectada por LIBS y EDS tras la separación magnética (Tablas 1, 2 y 3).

Posteriormente, la muestra sometida a lixiviación durante 7 h presenta una disminución adicional en Fe_2O_3 (que desciende a 0.564 %) y en MnO (a 0.015 %), lo que confirma la efectividad del tratamiento ácido para remover impurezas metálicas remanentes. De igual forma, MgO continúa descendiendo (0.152 % \rightarrow 0.091 % \rightarrow 0.097 %), mientras que Al_2O_3 , Na_2O y K_2O muestran ligeros ajustes atribuibles al efecto de concentración tras la remoción de fases minoritarias.

Tabla 1: Composición química de la arena natural, la arena desmagnetizada y la arena sometida a 7 h de lixiviación con ácido acético (FRX). Los valores se expresan en porcentaje en masa.

Componente	Arena Natural	Arena Desmagnetizada	Lixiviación 7 h
SiO_2	71.110	72.529	71.762
TiO_2	0.128	0.026	0.023
Al_2O_3	15.097	15.306	15.616
Fe_2O_3	3.089	0.778	0.564
MnO	0.063	0.033	0.015
MgO	0.152	0.091	0.097
CaO	1.690	1.706	1.609
Na_2O	4.581	4.772	4.817
K_2O	3.523	3.642	3.768
P_2O_5	0.069	0.068	0.069
PxC	0.500	1.050	1.660
Suma	100.002	100.001	100.00

3.2. Estructura cristalina (DRX)

Tras la lixiviación, se evaluaron los cambios mineralógicos del material mediante difracción de rayos X. La arena natural mostró un patrón dominado por cuarzo y albita, las cuales son características en arenas síliceas de origen ígneo. Después de 7 h de tratamiento con ácido acético, el difractograma de la muestra tratada conservó la misma distribución de fases, pero con ligeras disminuciones en la intensidad relativa de algunos picos asociados a feldespatos, lo cual sugiere una disolución parcial de estos componentes sin afectar la estructura dominante de SiO_2 cristalino, esta comparación se presenta en la Figura 2.

3.3.

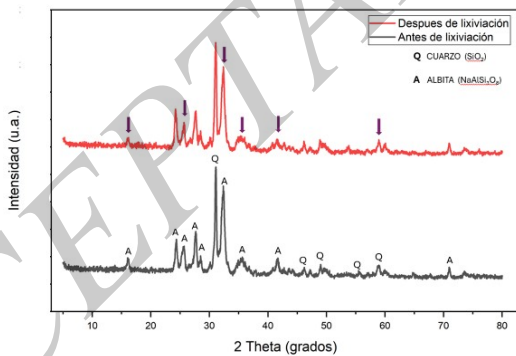


Figura 2: Difractogramas comparativos de la arena natural y la arena sometida a 7 h de lixiviación con ácido acético.

Análisis elemental superficial mediante LIBS

Las micrografías obtenidas para cada etapa del proceso (Figuras 3a-c) muestran la distribución superficial de los puntos analizados mediante espectroscopía de plasma inducido por láser para cada etapa del proceso. A partir de estos datos se seleccionó un punto representativo de cada condición. Esto permite visualizar la superficie y la

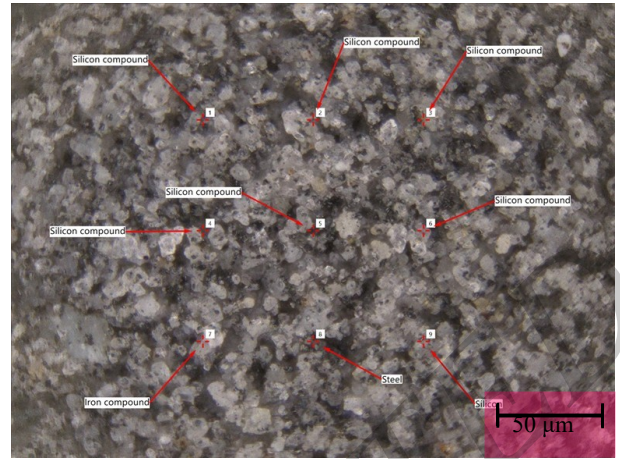


Figura 3a: Microscopía LIBS de la arena natural (puntos analizados).

variabilidad natural del material antes y después de los tratamientos de desmagnetización y lixiviación.

La Tabla 2 presenta la composición elemental obtenida

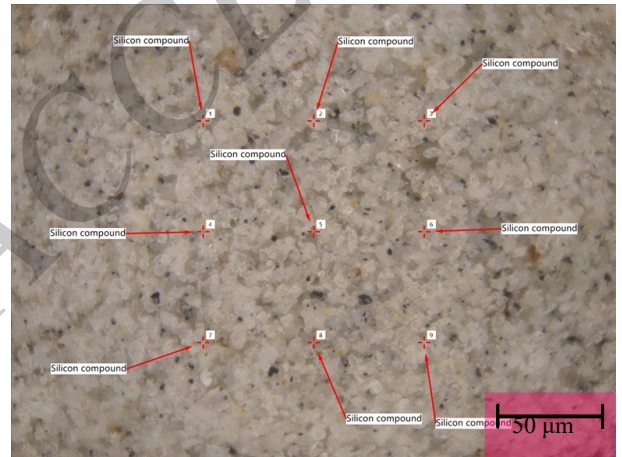


Figura 3b: Microscopía LIBS de la arena desmagnetizada (puntos analizados).

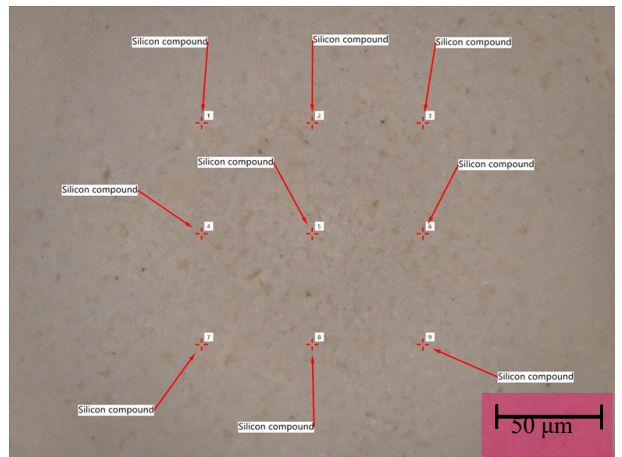


Figura 3c: Microscopía LIBS de la arena lixiviada durante 7 h (puntos analizados).

por LIBS para las tres etapas del proceso: arena natural, fracción desmagnetizada y muestra lixiviada durante 7 h. Solamente se incluyen los elementos que mostraron señales consistentes y útiles para la interpretación del proceso (Si, Fe, Al, Na, K y Ca). Otros elementos menores no se reportaron porque su intensidad fue demasiado baja o irregular en varias mediciones, lo que impide obtener valores confiables y comparables entre etapas.

Los valores presentados muestran una tendencia similar con los resultados de FRX: la disminución progresiva de Fe confirma la efectividad tanto de la separación magnética como de la lixiviación ácida para la remoción de fases ferromagnéticas. Por otro lado, el incremento relativo de Si responde al enriquecimiento de la matriz silicatada conforme se eliminan impurezas metálicas. El Na y el K pueden aumentar ligeramente después de la desmagnetización y de la lixiviación; esto no implica la incorporación de estos elementos, sino que su detección se vuelve más evidente al remover fases enriquecidas en Fe y Mn.

Tabla 2: Composición elemental por LIBS para las tres etapas del proceso (arena natural, desmagnetizada y lixiviada). Los valores se expresan en porcentaje en masa. ND = No detectable

Elemento	Arena Natural	Arena Desmagnetizada	Lixiviación 7 h
Si	38.0	44.2	46.4
Fe	9.8	0.0	0.0
Al	7.5	9.6	ND
Na	3.0	1.3	3.2
K	2.5	4.5	5.3
Ca	0.11	0.0	0.0

Es importante señalar que la no detección de Al mediante LIBS en la muestra lixiviada durante 7 h no debe interpretarse como la eliminación total de este elemento del material. Este comportamiento se atribuye, por un lado, a la disminución de la concentración superficial de Al hasta valores ~5 % en masa y, por otro, a las limitaciones inherentes de la técnica LIBS empleada. A diferencia de otras técnicas analíticas, LIBS realiza un muestreo puntual basado en la ablación láser de microvolúmenes localizados, por lo que no representa la composición global de toda la superficie ni del volumen total de la muestra. En consecuencia, la evaluación de la presencia y estabilidad del aluminio tras la lixiviación se complementa con los resultados obtenidos mediante EDS y FRX, los cuales confirman la permanencia de la matriz aluminosilicatada.

3.4. Análisis elemental (EDS)

La Tabla 3 resume la composición elemental obtenida mediante espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (EDS) para la arena natural, la fracción desmagnetizada y el sólido lixiviado durante 7 h con ácido acético. Los resultados evidencian claramente el efecto de cada etapa del proceso sobre la superficie del material.

En la arena natural, el contenido de Fe alcanza 2.31 %, lo que se asocia con la presencia de minerales ferromagnéticos y óxidos metálicos típicos de arenas volcánicas. Asimismo, se detectan trazas de Mn, Ca y Mg, acompañadas de los elementos estructurales del aluminosilicato (Si, Al, Na y K), que conforman la matriz principal.

Tras la separación magnética, el contenido de Fe disminuye drásticamente a 0.54 %, evidenciando la eficiencia del proceso para remover especies paramagnéticas. También se observa una ligera reducción de Mn. Los elementos estructurales (Si, Al, Na, K) permanecen prácticamente constantes, lo que confirma que la fracción no magnética mantiene la composición propia del material base.

Posteriormente, el tratamiento con ácido acético durante 7 h provoca una remoción adicional de impurezas superficiales, observándose una disminución en Ca, Mg, Mn y Fe respecto a la muestra natural. Sin embargo, la

composición de Si y Al permanece estable, lo que indica que el ácido acético no altera la red silicatada del material. Este comportamiento es típico en lixiviaciones suaves con ácidos orgánicos, en las que se eliminan preferentemente fases superficiales sin afectar la matriz del mineral.

Tabla 3: Composición química superficial obtenida por espectroscopía EDS para la arena natural, arena desmagnetizada y sólido lixiviado durante 7 h. Los valores se expresan en porcentaje en masa.

Elemento	Arena Natural	Arena Desmagnetizada	Lixiviación 7 h
Na	3.35	3.55	3.44
Mg	0.04	0.02	0.06
Al	7.19	7.37	7.26
Si	29.12	29.79	29.68
K	3.02	2.93	2.92
Ca	1.00	1.04	1.11
Mn	0.12	0.10	0.01
Fe	2.31	0.54	0.61

3.5. Distribución de tamaño de partícula

La distribución de tamaño de partícula de la arena desmagnetizada se evaluó mediante difracción láser con el fin de determinar si la lixiviación ácida generó cambios significativos en la fracción fina del material. En la Figura 4 se compara la curva de frecuencia acumulada antes y después del tratamiento con ácido acético (7 h).

Las curvas muestran que ambas distribuciones mantienen una forma similar con predominio de partículas en el intervalo micrométrico–10 μm . No obstante, la muestra lixiviada presenta un ligero desplazamiento hacia diámetros menores, lo cual indica una reducción parcial del tamaño de partícula, posiblemente asociada a la remoción superficial de óxidos metálicos y a la disolución de inclusiones.

Este comportamiento coincide con reportes previos, donde los procesos de limpieza química superficial en materiales silíceos muestran comportamientos comparables, con reducciones ligeras sin modificación del tamaño principal de las partículas (Yang et al., 2011).

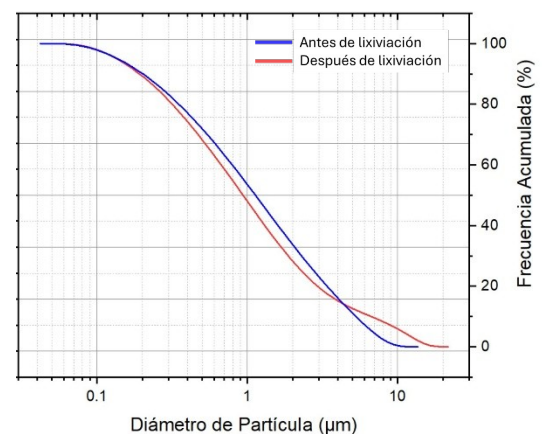


Figura 4: Distribución acumulada de tamaño de partícula antes y después de la lixiviación con ácido acético (7 h), obtenida mediante difracción láser.

3.6. Cinética de lixiviación (ICP)

Para evaluar la eficiencia de la lixiviación, se realizó un análisis por ICP-OES de las soluciones obtenidas tras cada hora de tratamiento. El ICP se aplicó únicamente al líquido resultante de la lixiviación, es decir, al extracto donde se encuentran los elementos que se disolvieron desde el sólido.

A partir de la concentración medida en cada solución, se calculó la cantidad de elemento que permaneció en el sólido en cada intervalo de tiempo. En las gráficas, los valores del eje Y representan el contenido remanente estimado en el sólido después de cada etapa de lixiviación.

Es importante destacar que la hora cero corresponde a los valores iniciales de la arena desmagnetizada, los cuales fueron obtenidos a partir del análisis por FRX. Estos valores sirven como referencia para comparar la disminución de cada elemento conforme avanza la lixiviación.

De esta manera, cada punto reportado muestra la evolución del contenido remanente de cada especie en el sólido, permitiendo visualizar claramente la cinética de remoción durante el proceso.

Elementos de la matriz aluminosilicatada (Si y Al)

El silicio y el aluminio conforman la red estructural principal de la matriz aluminosilicatada; por tanto, su estabilidad durante la lixiviación es fundamental para garantizar que el proceso de purificación no altere la integridad del sólido, el cual posteriormente se empleará como precursor cerámico, tradicional o avanzado. Al analizar las curvas, se observa que en el comportamiento del silicio, aunque la gráfica muestra una caída entre la hora 0 y la 1, la escala del eje evidencia que la disminución es mínima en términos absolutos. El contenido de silicio pasa de aproximadamente 338 mg/g a valores cercanos a 295-300 mg/g, lo que significa una reducción relativa baja respecto a su cantidad total inicial. Esta estabilidad indica que la red silicatada no está siendo atacada significativamente por el ácido. Después de la hora 1, el contenido de silicio permanece prácticamente constante, reforzando la estabilidad del marco SiO₂.

El aluminio muestra una disminución clara y sostenida a lo largo de la lixiviación. A partir del valor inicial obtenido por FRX en la arena desmagnetizada (hora cero), el contenido de Al desciende de manera progresiva desde aproximadamente 80 mg/g hasta valores cercanos a 67 mg/g al final del tratamiento. Esta reducción representa una pérdida

Figura 6: Contenido remanente de elementos impureza (Fe, Mg, Mn, P, Ti) durante la lixiviación, determinado mediante ICP - OES.

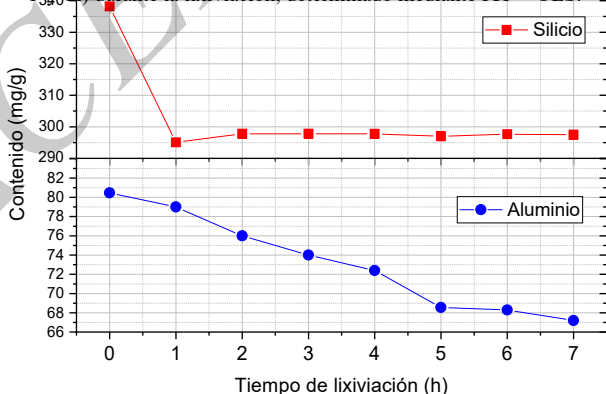


Figura 5: Contenido remanente de silicio y aluminio en el sólido durante la lixiviación ácida, determinado a partir de los análisis de ICP - OES.

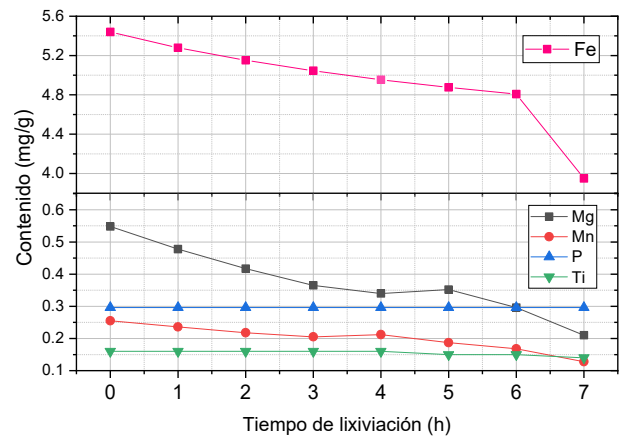
significativa dentro del intervalo analizado y evidencia que el proceso de lixiviación sí afecta a las fases aluminicas del sólido. La tendencia continua sugiere que el aluminio presente en fases amorfas, secundarias o menos estables es removido con mayor facilidad que el silicio. Esto se observa de forma gráfica en la figura 5.

Elementos impureza ((Fe, Mg, Mn, P y Ti)

En la Figura 6 se observa que el hierro (Fe) es el principal elemento de impureza presente en el sólido —no es un elemento traza de acuerdo con el análisis por FRX—, por lo que su disminución durante la lixiviación resulta especialmente relevante. El Fe muestra una reducción progresiva a lo largo del tratamiento, con una caída más pronunciada en las últimas horas, lo que evidencia que el proceso es altamente efectivo para remover este contaminante metálico.

En contraste, los elementos Mg, Mn, P y Ti sí corresponden a niveles traza según FRX. Por ello, aunque también presentan una tendencia a disminuir, los cambios son de menor magnitud absoluta. El magnesio (Mg) es el que muestra la reducción más clara dentro de este grupo, mientras que el manganeso (Mn) disminuye suavemente y el fósforo (P) y el titanio (Ti) permanecen prácticamente constantes, indicando que se encuentran en fases poco solubles bajo las condiciones de tratamiento.

La Figura 6 demuestra que la lixiviación actúa con mayor eficiencia sobre el Fe—el principal metal indeseado— mientras que las variaciones observadas en los elementos traza son menos pronunciadas debido a su baja abundancia en el material.



Elementos modificadores relevantes para la aplicación cerámica (K, Na y Ca)

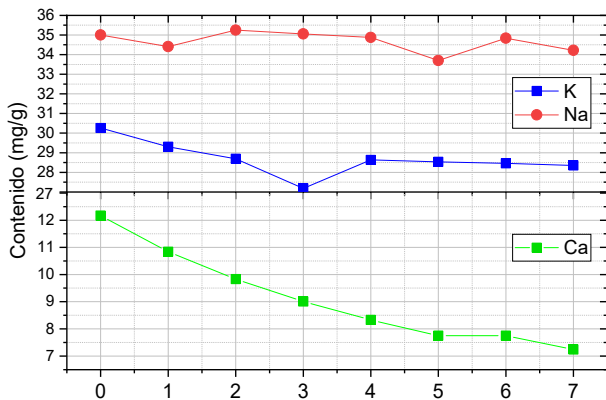
En la Figura 7 se muestran los elementos modificadores de red —K, Na y Ca—, los cuales son especialmente importantes para evaluar la potencial aplicación cerámica del material purificado. Estos iones alcalinos y alcalinotérreos participan en la ruptura parcial de la estructura Si-O-Si y en la formación de fases fundentes, por lo que su permanencia o eliminación durante la lixiviación influye directamente en el comportamiento del precursor.

El calcio (Ca) tiene la disminución más marcada entre los tres elementos, mostrando una reducción progresiva de la arena desmagnetizada durante la lixiviación con ácido acético.

y continua a lo largo del proceso. Esta caída indica que el Ca se encuentra en fases más susceptibles al ataque ácido (probablemente carbonatos o sitios intercambiables).

El potasio (K) también presenta una reducción moderada, evidenciando cierto grado de solubilidad bajo las condiciones empleadas. No obstante, mantiene un comportamiento relativamente estable después de las primeras horas, lo cual sugiere que una parte significativa del K permanece formando parte de la estructura aluminosilicatada.

El sodio (Na) es el elemento más estable del grupo, manteniéndose prácticamente constante durante todo el tratamiento. Su baja variación indica que el Na está mayormente integrado en la red o en fases resistentes al ataque ácido, lo cual es acorde con su rol típico como modificador fuertemente incorporado en materiales silicatados.



3.7. Índice de blancura (I_{bl}) durante la lixiviación (h)

Figura 7: Contenido remanente de elementos modificadores para la aplicación cerámica (K, Na, Ca) durante la lixiviación, determinado mediante ICP – OES. La arena natural presentó un valor inicial de 50.3%, atribuible a la presencia de minerales ferromagnéticos, óxidos de hierro y otras impurezas oscuras características de arenas feldespáticas. Después de la separación magnética, el índice aumentó a 58.8%.

Este valor de 58.8% se consideró como el punto de partida (hora 0) para el análisis del proceso de lixiviación, dado que representa la condición del material inmediatamente antes del ataque químico pero una vez completado el pretratamiento físico de desmagnetización. A partir de esta referencia, el índice de blancura aumentó progresivamente con el tiempo de tratamiento, alcanzando valores cercanos al 64 % a las 7 h, lo que confirma la remoción de óxidos metálicos responsables del oscurecimiento del material y coincide con lo observado en materiales feldespáticos sometidos a eliminación ácido-superficial de óxidos de hierro (Gougazeh et al., 2022).

Estos cambios se observan en la Figura 8, donde se muestra la tendencia ascendente del índice de blancura conforme avanza el tiempo de lixiviación.

Desde el punto de vista industrial, la blancura de materias primas feldespáticas destinadas a materiales cerámicos se encuentra relacionada con el contenido residual de óxidos de hierro, y valores de índice de blancura en el intervalo aproximado de 55 a 70 % suelen considerarse adecuados para la formulación de pastas cerámicas y materiales cerámicos tradicionales, donde el color final depende también de la

composición global de la mezcla y de las condiciones de cocción (Reed, 1995). Bajo este contexto, el valor cercano al 64 % alcanzado tras 7 h de lixiviación se sitúa dentro del rango reportado para materias primas comerciales utilizadas en este tipo de aplicaciones. Por otro lado, aplicaciones que demandan niveles de blancura más elevados, como gres porcelánico técnico, esmaltes blancos o porcelanas de alta pureza, suelen requerir índices de blancura superiores a 75–80 %, asociados a contenidos de Fe₂O₃ significativamente menores y a tratamientos de purificación más intensivos (Gougazeh, 2022).

3.8. Comportamiento cinético de la lixiviación

La evolución temporal de los elementos solubles —Fe, Ca, Mn, Na y Mg— sugiere un proceso descrito adecuadamente por el modelo de capa decreciente (Shrinking-Core Model). Durante la primera hora ocurre la mayor remoción de Ca y Fe, correspondiente a la disolución rápida de carbonatos y óxidos metálicos externos (Morse et al., 2002; Gougazeh et al., 2022).

A medida que las fases más solubles se eliminan, el avance del proceso se vuelve más lento y pasa a estar controlado por la reacción en la superficie del propio aluminosilicato. Los silicatos, incluidos el cuarzo y los feldespatos, presentan tasas de disolución muy bajas en medios ácidos débiles, lo que explica la desaceleración observada (Brady et al., 1989).

Después de las 3 h, los cambios en Fe, Ca y Mn son mínimos, lo que indica la aproximación a un equilibrio químico superficial. Este comportamiento encaja con la descripción clásica del modelo de capa decreciente para sistemas ácido-sólido (Levenspiel, 1999).

4. Conclusiones

La combinación de desmagnetización y lixiviación con ácido acético permitió mejorar de manera significativa la pureza del material sin afectar la estructura principal del aluminosilicato. La separación magnética redujo de forma notable el contenido de Fe y Mn, lo cual se confirmó mediante FRX, LIBS y EDS. De acuerdo con los resultados de FRX, el contenido de Fe₂O₃ disminuyó de 3.089 % en la arena natural a 0.778 % en la fracción desmagnetizada, lo que representa una reducción aproximada del 75 %, mientras que el MnO se redujo de 0.063 % a 0.033 %. De manera consistente, el análisis por EDS mostró una disminución del Fe de 2.31 % a 0.54 %, confirmando la remoción de fases ferromagnéticas superficiales. En contraste, la composición de la matriz silicatada se mantuvo prácticamente constante, con contenidos de SiO₂ cercanos al 71–72 % y Al₂O₃ alrededor del 15 %, lo que indica que el tratamiento no afecta de forma significativa la estructura principal del aluminosilicato.

Durante la lixiviación, la remoción progresiva de Fe —principal impureza metálica— y de Ca evidenció una alta eficiencia del tratamiento químico, en concordancia con la cinética obtenida por ICP, en la que se distingue una etapa inicial de remoción rápida seguida de un avance controlado

por la reactividad superficial del sólido. De acuerdo con los resultados de FRX, el contenido de Fe_2O_3 disminuyó de 0.778 % en la arena desmagnetizada a 0.564 % tras 7 h de lixiviación, mientras que el CaO se redujo ligeramente de 1.706 % a 1.609 %, confirmando la eliminación preferencial de fases metálicas más reactivas. Este comportamiento es consistente con los resultados de EDS, donde el Fe superficial se mantiene en valores bajos (≈ 0.6 %) tras el tratamiento ácido.

Los elementos traza Mg, Mn, P y Ti presentaron disminuciones menores, coherentes con su baja abundancia inicial y con su menor reactividad frente al ácido acético. En el caso del silicio, su contenido no experimenta una disolución significativa; sin embargo, los valores reportados muestran ligeras variaciones relativas asociadas al reajuste composicional del sistema conforme se eliminan otras especies metálicas, manteniéndose el SiO_2 en un intervalo estrecho de 71.1–71.8 %. Este comportamiento indica que la red silicatada permanece estructuralmente intacta durante la lixiviación. Por su parte, el aluminio mostró una disminución moderada, atribuida a la remoción parcial de fases aluminosas menos estables, mientras que la fracción principal del Al permanece integrada en la matriz aluminosilicatada.

El análisis por DRX mostró que las fases cristalinas principales (cuarzo y feldspatos) se mantuvieron después de 7 h de tratamiento, mientras que la distribución de tamaño de partícula presentó un ligero desplazamiento hacia diámetros menores, atribuible a la eliminación de inclusiones superficiales.

De forma paralela, el índice de blancura aumentó progresivamente desde la etapa de desmagnetización hasta el final de la lixiviación, reflejando la remoción gradual de óxidos metálicos responsables del oscurecimiento del material. Este aumentó de 58.8 % en la arena desmagnetizada hasta cerca de 64.0 % tras 7 h de lixiviación con ácido acético, presentando un aumento más pronunciado durante las primeras 2 h de tratamiento y una tendencia posterior más gradual. Este comportamiento se tradujo en un cambio visual evidente en la coloración del sólido, que pasó de un tono grisáceo característico de la arena desmagnetizada a una tonalidad más clara y homogénea, con apariencia blanquecina conforme avanzó la lixiviación. Dicho incremento en la blancura es consistente con la disminución del contenido de Fe y Mn determinada por FRX, EDS e ICP, confirmando que la eliminación de óxidos metálicos tiene un impacto directo en las propiedades ópticas del material. Asimismo, este valor de 64.0 % en índice de blancura se sitúa dentro del rango reportado para materias primas utilizadas en la formulación de cuerpos cerámicos tradicionales.

Referencias

- Ajemba, R. O., Onukwuli, O. D. (2013). Assessing influence of hydrochloric acid leaching on structural changes and bleaching performance of Nigerian clay from Udi. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 50 (1), 349–358. <https://doi.org/10.5277/ppmp140129>
- Brady, P. V., Walther, J. V. (1989). Controls on silicate dissolution rates in neutral and basic pH solutions at 25°C. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 53 (11), 2823–2830. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(89\)90160-9](https://doi.org/10.1016/0016-7037(89)90160-9)
- Carreño, F. E., Ferrer, P. M., Peña, R. G. (2019). Sodic and Potassium Zeolites from Fly Ash Coming from Coal Combustion of Thermoelectric Termotasajero S.A.S. *Ciencia en Desarrollo*, Vol. 10 No. 2, 219–233. <https://doi.org/10.19053/01217488.v10.n2.2019.8035>
- Herrera, P. J. G., Legorreta, G. F., Reyes, P. M., Chávez, U. E. A., Reyes, C. V. E. (2021). Análisis de partículas magnéticas provenientes de desechos mineros. *Pádi Boletín Científico de Ciencias Básicas e Ingenierías del ICBI*, 9(Especial 2), 97–104.
- Huerta, F., Chou, L., Wollast, (1999). Mechanism of kaolinite dissolution at room temperature and pressure. Parte II: Kinetic study. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 63, 3261–3275. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(99\)00249-5](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(99)00249-5)
- Gougazeh, M. (2022). Beneficiation and upgrading of low-grade feldspar ore in Medina, Saudi Arabia. *Journal of Ecological Engineering*, 23(6), 271–277. <https://doi.org/10.12911/22998993/147834>
- Reed, J.S. (1995). *Principles of ceramics processing* (2nd ed.). John Wiley & Sons.
- Levenspiel, O. (1998). *Chemical Reaction Engineering* (3rd ed.). John Wiley & Sons. New York, USA.
- Morse, J. W., Arvidson, R. S. (2002). The dissolution kinetics of major sedimentary carbonate minerals. *Earth-Science Reviews*, 58 (1-2), 51–84. [https://doi.org/10.1016/S0012-8252\(01\)00083-6](https://doi.org/10.1016/S0012-8252(01)00083-6)
- Salimkhani, H., Joodi, T., Bordbar-Khiabani, A., Motei Dizaj, A., Abdolalipour, B., & Azizi, A. (2020). Surface and structure characteristics of commercial K-feldspar powders: Effects of temperature and leaching media. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 28(1), 307–317. <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2018.11.016>
- Valdez, S. J., Legorreta, G. F., García, H. A. L., Ibarra, C., L.E., Pérez, G. N. K., Díaz, D. D. (2022). Arcillas caoliníferas: elaboración de geopolímeros con caolín de baja calidad. *Pádi Boletín Científico de Ciencias Básicas e Ingenierías del ICBI*, 10 (Especial 7), 102–108. <https://doi.org/10.29057/icbi.v10iEspecial7.9960>
- Vapur, H., Top, S., Demerci, S. (2017). Purification of feldspar from colored impurities using organic acids. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 53, 285–297.
- Yang, B., Deng, S., Yu, G., Zhang, H., Wu, Jinhua, Zhuo, Q. (2011). Bimetallic Pd/Al particles for highly efficient hydrodechlorination of 2-chlorobiphenyl in acidic aqueous solution. *Journal of Hazardous Materials*, 189 (1-2), 76–83. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2011.02.001>
- Zinovev, D., Grudinsky, P., Zhiltsova, E., Grigoreva, D., Volkov, A., Dybanov, V., & Petelin, A. (2021). Research on high-pressure hydrochloric acid leaching of scandium, aluminum and other valuable components from the non-magnetic tailings obtained from red mud after iron removal. *Metals*, 11(3), 469. <https://doi.org/10.3390/met11030469>