

# Purificación de arcillas feldespáticas mediante la separación magnética asistida con baño ultrasónico

Miguel A. Olvera-Hernandez<sup>a</sup>, Natalia. Juárez-Campos<sup>a</sup>, Jose A. Olvera-Hernandez<sup>†</sup>, Susana C. Carillo-Cruz<sup>a</sup>, Felipe Legorreta-García<sup>a\*</sup>.

<sup>a</sup>Laboratorio de Tecnología de Cerámicos, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Área académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Carr. Pachuca-Tulancingo Km 4.5 s/n, Mineral de la Reforma, Hidalgo, México.

## Resumen

Con la finalidad de retirar impurezas a las arcillas zeolíticas provenientes del estado de Guerrero, sin el uso de ácidos y así incrementar sus aplicaciones industriales, éstas fueron trituradas y tratadas magnéticamente. Se determinaron las propiedades físicas del material. También se evaluó la granulometría del producto triturado, por medio de análisis de la distribución de tamaño de partículas por tamizado en seco. Posteriormente fueron tratadas mediante separación magnética asistida con baño ultrasónico. El análisis cristalográfico realizado por medio de difracción de rayos X, comprobó la presencia de fases cristalinas correspondientes a aluminosilicatos tales como clinoptilolita  $\text{Na}_2(\text{Al}_2\text{Si}_7\text{O}_{18})\cdot\text{H}_2\text{O}$ , además de evidenciar el efecto de la separación magnética. Un estudio de microscopía electrónica de barrido determinó la morfología, porosidad y tamaños de partícula. Finalmente, los resultados del análisis químico obtenido mediante espectrometría de dispersión de energía de rayos X, pone en evidencia la disminución de los elementos de carácter magnético.

*Palabras Clave:* Zeolita, caracterización, separación magnética, óxidos metálicos.

## 1. Introducción

En México podemos encontrar una gran cantidad de yacimientos minerales. A lo largo del país se encuentran recursos minerales importantes para el desarrollo social y económico. El estado de Guerrero conocido por sus movimientos telúricos, está a proximidad del eje neo volcánico en donde existieron diferentes procesos geológicos, entre ellos el hidrotermalismo. Este fenómeno presencia tres variables fundamentales: agua, presión y temperatura en el interior de la corteza terrestre. Este evento genera la formación de zeolitas. Las zeolitas son aluminosilicatos con estructura tridimensional que está formada por tetraedros de  $[\text{SiO}_4]^{-4}$  y  $[\text{AlO}_4]^{-5}$  unidos por compartición de vértices de puentes de oxígeno no lineales. Contienen microporos basados en una estructura aniónica rígida, con canales y cavidades bien definidas. Estas cavidades contienen cationes intercambiables (como  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ) y pueden retener moléculas *huésped* removibles e irremplazables (agua en las zeolitas naturales) (Mónica A. Villaquirán, 2015). El trabajo de investigación de Mikhail Ostrooumov (2001), menciona que en México se pueden presentar diferentes tipos de zeolitas, no obstante la clinoptilolita y heulandita, son las más comunes. Estos polimorfos de la zeolita, poseen la misma composición química pero diferentes propiedades térmicas. Debido a sus características como intercambiador de iones, adsorbente, y catalizadores, estas pueden abarcar un ilimitado campo de aplicaciones (Ostrooumov, 2005), En el sector industrial principalmente como adsorbentes muy selectivos, catalizadores con actividades y selectividades excepcionales en un gran número de reacciones. Estas aplicaciones contemplan el secado de gases, el acondicionamiento de suelos, el intercambio iónico, la separación y la recuperación de hidrocarburos aromáticos de parafinas normales, la

recuperación de iones radioactivos a partir de aguas de desecho, el empleo de catalizadores de hidrocarburos, el recubrimiento de plásticos, y la remoción de gases contaminantes (Hernandez, y otros, 2005) (Leyva Ramos, Sánchez Castillo, Hernández Sánchez, & Guerrero Coronado, 2001). También, ha sido reportado un trabajo de investigación de las zeolitas del estado de la localidad de Taxco, en el estado de Guerrero, para ser intercambiadas con plata y empleadas como un material antibacterial (Rivera-Garza, 2000). Sin embargo, las zeolitas naturales están asociadas con arcillas (Mamba, 2010), (Çoruh, 2008). La manera de remover estas arcillas es mediante un lavado con ácido clorhídrico, sin embargo el uso de ácidos daña el medio ambiente. Existen diversos trabajos para mejorar la calidad de las arcillas zeolíticas, mediante separación física (gravimétrica y magnética). El trabajo de Daria Tito (Ferro, y otros, 2011), hace mención del método de separación gravimétrica el cual utiliza la cama fluidizada, mientras que el proceso de separación magnética se realiza manualmente en medio húmedo con un imán de intensidad de campo magnético de 0.42T. En ésta investigación, en la búsqueda de ampliar las aplicaciones de las arcillas de uno de los estados más pobres de México, se efectuó la separación de las partículas magnéticas (impurezas) mediante un imán de neodimio asistido por baño ultrasónico a fin de mejorar la calidad de arcillas zeolíticas proveniente del estado de Guerrero, de la localidad de Acamixtla.

## 2. Metodología

La muestra zeolítica del estado de Guerrero (México) de aproximadamente 80 kilogramos, reducida de tamaño por medio de una trituradora de quijadas marca *Allis Mineral Systems*. Tras la primera molienda se obtuvo una muestra

representativa de 2 kilogramos por el método de cono y cuarteo y posteriormente el material se introdujo a un molino de rodillos. El tamaño del material fue inferior a 3.327 mm. Empleando un cuarteador tipo Jones, las muestras se cuartearon en porciones de 100 gramos cada una, para aplicarles un análisis granulométrico en seco por triplicado en un *Ro-tap (modelo RX-29, serial 10-585, W.S. Tyler)*, con las mallas de la serie Tyler (6, 20, 30, 40, 50, 70, 100, 150, 200). Para determinar la presencia de carbonatos en el mineral, se pesó una muestra de 10 g, y sobre un vidrio de reloj y se añadieron unas gotas de ácido clorhídrico con una concentración de 10%. La superficie del material fue marcada con una navaja de acero para determinar la raya y la dureza, con base a la escala de Mohs. Finalmente se aplicó un baño ultrasónico de 10 litros para suspender las partículas y colocar el imán de neodimio ( $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ), generando movimientos circulares, separando las partículas magnéticas. Las arcillas se estudiaron con microscopio electrónico de barrido (*JSM-IT300*) con una distancia de trabajo de 13 mm. El análisis cristalográfico fue realizado con un difractómetro marca *Bruker D8 advance* con radiación de  $\text{CuK}\alpha$ . Los patrones de difracción se obtuvieron en un intervalo de  $20\text{-}60^\circ$  ( $2\theta$ ) con incrementos de 0.02.

### 3. Resultados y discusión:

#### 3.1 Análisis granulométrico

En la Tabla 1 se observa que el rango de tamiz 30-40 # hay más porcentaje de material retenido, sin embargo, no varía mucho con los demás porcentajes obtenidos, esto debido a la relación densidad-dureza. El diámetro promedio estadístico fue de 0.9958 mm.

Tabla 1: Análisis granulométrico y cálculo estadístico del tamaño promedio.

Rango de Tamiz (#)	Rango promedio (mm)	Retenido (%)	Retenido acumulado (%)	Pasante acumulado (%)	promedio (rango)(% retenido) (%)
6	0	0	0	100	0
6-20	3.775	14.434883	14.434883	85.565116	0.54491
20-30	1.15	14.304245	28.739129	71.260870	0.16449
30-40	0.8125	16.553012	45.292141	54.707858	0.13193
40-50	0.575	13.345045	58.637187	41.362812	0.07530
50-70	0.406	11.059288	69.696475	30.303524	0.04396
70-100	0.181	8.538444	78.234920	21.765079	0.01516
100-150	0.128	5.476604	83.711524	16.288475x	0.00687
150-200	0.0905	5.583703	89.295227	10.704772	0.00950
-200	0.035	10.704772	100	0	0.00374
TOTAL		100			0.9958 mm

#### 3.2 Propiedades físicas

Con base a las pruebas se determinó una roca de color: verde; dureza: 4-5; raya blanca; sin brillo; sin clivaje; fractura: frágil y sin presencia de carbonatos. En la tabla 2 se muestran los resultados de la densidad, de los cuales observa que el material

magnético posee valores más altos de densidad, esto se atribuye a la cantidad de compuestos de mayor peso molecular de las partículas con propiedades magnéticas. Lo anterior obvia por que, el material no magnético presenta los valores más bajos de densidad.

Tabla 2. Resultados de análisis de densidad por medio de método de Arquímedes.

Densidad	(g/ml)
Alimentación	2.23
No magnéticos	2.01
Magnéticos	2.4

#### 3.3. Análisis cristalográfico

En la figura 1 se pueden observar los patrones de difracción correspondientes de 3 muestras: 1) polvos de zeolita reducida de tamaño de partícula por trituradora quijadas y molino de rodillos, llamada alimentación; 2) polvos residuales de la separación magnética asistida por baño ultrasónico, denominada no magnéticos y 3) polvos de comportamiento magnético, llamado magnéticos. El patrón de difracción correspondiente a alimentación muestra una mayor presencia de aluminosilicatos ( $\text{AlNaSi}_3\text{O}_8$ ,  $\text{Al}_2\text{SiO}_5$ ) acompañados de óxidos metálicos de titanio y hierro (Brokita y Hematita). Esto confirma la presencia de fases cerámicas mixtas de materiales magnéticos y no magnéticos. En el patrón de difracción correspondiente a no magnéticos se puede observar la reducción en las intensidades confirmando una separación magnética parcial. Para la muestra correspondiente a la separación magnética podemos observar la disminución en los picos de carácter no magnético.

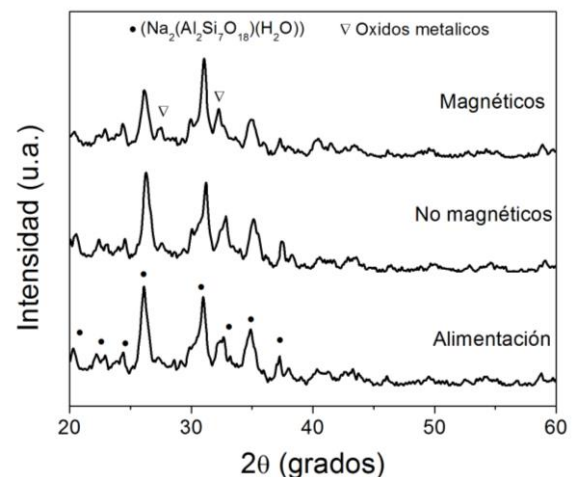


Figura 1. Patrones de difracción de polvos de alimentación, no magnéticos y magnéticos.

#### 3.4 Microscopia electrónica de barrido. (MEB)

Las micrografías muestran los polvos correspondientes a) polvos residuales de la separación magnética asistida por baño

ultrasónico denominada *no magnéticos*. b) polvos de comportamiento magnético llamados *magnéticos*. En la micrografía correspondiente a no magnéticos se pueden observar partículas de morfología irregular que van de entre 300 a 100  $\mu\text{m}$ . la coloración homogénea de la micrografía se atribuye a las partículas zeolíticas. En la figura 2 b), aparecen pequeños puntos blancos brillantes (señalados con flechas), los cuales son atribuidos de la presencia de partículas magnéticas.

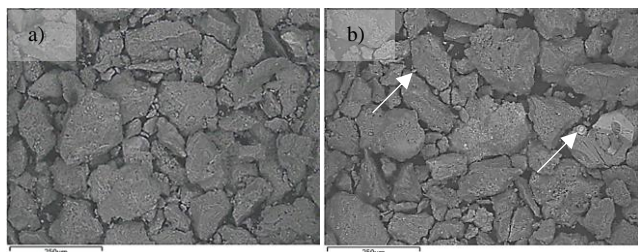


Figura 2. Micrografías de a) Polvos no magnéticos y b) Polvos magnéticos.

La micrografía correspondiente a magnéticos se observa la presencia de partículas blanquecinas con morfología en forma de hojuela y pequeñas partículas blancas ambas, por su coloración de carácter magnético.

### 3.5 Análisis químico

En la tabla 1 se muestran los resultados del análisis químico obtenido mediante espectrometría de dispersión de energía de rayos X de las muestras 1) polvos de zeolita reducida de tamaño de partícula por quijadas y rodillos, llamada alimentación; 2) polvos residuales de la separación magnética asistida por baño ultrasónico, denominada no magnéticos y 3) polvos de comportamiento magnético, llamado magnéticos.

Tabla I. Resultados de análisis químicos representados en porcentaje en masa de las arcillas correspondientes a la alimentación, productos no magnéticos y productos magnéticos.

Sustancia	Alimentación	No magnéticos	Magnéticos
Masa (%)	100	73.33	26.67
O	54.82	54.9	54.6
Na	0.66	0.9	0
Al	6.69	6.8	6.4
Si	28.29	28.5	27.7
K	2.84	2.6	3.5
Ca	2.61	2.8	2.1
Ti	0.19	0	0.7
Fe	3.87	3.5	4.9

Para la muestra de alimentación existe la predominancia de oxígeno, silicio, aluminio; es posible encontrar en pequeñas proporción titanio y hierro de acuerdo con los resultados de

difracción de rayos X. para la muestra correspondiente a no magnéticos podemos observar una disminución para las proporciones de los materiales magnéticos tales como el Fe y Ti. Para la muestra de los polvos magnéticos se observa un ligero incremento de los compuestos de carácter magnético. Estos resultados ponen en evidencia una mejora en la calidad de las arcillas.

## 4. Conclusión

La zeolita proveniente del estado de Guerrero fue triturada a través de las quebradora de quijadas, obteniendo partículas de tamaños inferiores a 3.327 mm, con promedio estadístico de 0.9958 mm. Los polvos obtenidos fueron separados con ayuda de un baño ultrasónico obteniendo polvos de carácter no magnético y magnético. Por medio de la difracción de rayos X se confirmó que la muestra denominada “no magnéticos”, posee mayoritariamente zeolita como fase de aluminosilicatos y de óxidos metálicos en menor proporción. En la micrografía de la muestra magnética se pueden observar partículas con morfología irregular y porosa de entre 300 a 100  $\mu\text{m}$  acompañadas de pequeñas partículas que podrían ser atribuidas a los óxidos magnéticos de hierro y titanio que no se lograron separar por el método empleado. De acuerdo al análisis químico, se logró observar la disminución de elementos magnéticos después de la separación, corroborando un rendimiento parcial por la separación magnética asistida con baño ultrasónico.

## English Summary

### Purification of zeolite by magnetic separation assisted by ultrasonic bath.

#### Abstract

In order to remove impurities from the zeolitic clays from the state of Guerrero, without the use of acids and thus increase their industrial applications, they were crushed and treated magnetically. The physical properties of the material were determined. The granulometry of the crushed product was determined by analysis of the particle size distribution by dry sieving. Later they were treated by magnetic separation assisted with ultrasonic bath. Crystallographic analysis carried out by X-ray diffraction, verified the presence of crystalline phases corresponding to aluminosilicates such as clinoptilolite  $\text{Na}_2(\text{Al}_2\text{Si}_7\text{O}_{18})\cdot\text{H}_2\text{O}$ , evidencing the effect of magnetic separation. A study of scanning electron microscopy determined the morphology, porosity and particle sizes. Finally, the results of the chemical analysis obtained by X-ray energy dispersion spectrometry, shows decreasing elements of magnetic character.

## Agradecimientos

Este trabajo se publica en memoria de nuestro amigo, compañero y coautor José Aarón Olvera Hernández que en paz descansa. Además, los autores agradecemos el apoyo de la Dirección General de Laboratorios por la disposición de reactivos y áreas de trabajo, así como reconocemos la labor de

la Química Martha López Tolentino por su amable colaboración para la elaboración de este trabajo.

## 5. Referencias

- Çoruh, S. (2008). The removal of zinc ions by natural and conditioned clinoptilolites. *Desalination*, 41-57, <https://doi.org/10.1016/j.desal.2007.06.015>.
- Ferro, D. T., Iznaga Rodriguez, i., Rosabal Concepcion, B., Ribas Chavez, F., Rodriguez Cordova, V., & Beyra Rizo, R. (21 de Febrero de 2011). El hierro en la roca zeolitizada del yacimiento de palmarito de cauto: separacion y caracterizacion de fases magneticas. 22-37, <http://revista.ismm.edu.cu/index.php/revistamg/article/view/141>.
- Hernandez, M. Á., Rojas, F., Corona, L., Lara, V. H., Portillo, R., Salgado, M. A., & Petranoskii, V. (2005). Evaluación de la porosidad de zeolitas naturales por medio de curvas diferenciales de adsorción. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, 71-85, [http://www.scielo.org.mx/scielo.php?pid=S0188-49992005000200071&script=sci\\_abstract&tlng=en](http://www.scielo.org.mx/scielo.php?pid=S0188-49992005000200071&script=sci_abstract&tlng=en).
- Leyva Ramos, R., Sánchez Castillo, M. A., Hernández Sánchez, M. V., & Guerrero Coronado, R. M. (2001). Remoción de metales pesados de solución acuosa por medio de clinoptilolitas naturales. *Rev. Int. Contam. Ambient.*, 129-136, <https://www.redalyc.org/pdf/370/37017302.pdf>.
- Mamba, B. N.-B. (2010). The effect of conditioning with NaCl, KCl and HCl on the performance of natural clinoptilolite's removal efficiency of Cu<sup>2+</sup> and Co<sup>2+</sup> from Co/Cu synthetic solutions. *Water SA*, 437-444, <http://dx.doi.org/10.4314/wsa.v36i4.58419>.
- Mónica A. Villaquirán, R. M. (12 de Abril de 2015). Aprovechamiento del catalizador gastado de FCC en la síntesis de zeolitas de bajo contenido de sílice. *Rev. LatinAm. Metal. Mat*, 334-343, <http://www.rlmm.org/ojs/index.php/rlmm/article/view/642>.
- Ostrooumov, M. (2005). Zeolitas de México: Diversidad mineralógica y aplicaciones. 1-9, <http://www.mineralog.net/wp-content/uploads/2011/09/ZeolitasMexico.pdf>.
- Rivera-Garza, M. O.-S.-F. (2000). Silver supported on natural Mexican zeolite as an antibacterial material. *Microporous and Mesoporous Materials*, 39(3), 431-444, [https://doi.org/10.1016/S1387-1811\(00\)00217-1](https://doi.org/10.1016/S1387-1811(00)00217-1).