

Pérdida de Al y Si en Caolines Modificados Térmica o Mecánicamente y Activados por Tratamientos Químicos

/ ANA GARCÍA SAN CRISTÓBAL (*), CARMEN VIZCAYNO MUÑOZ, RICARDO CASTELLÓ MONTORI

Centro de Ciencias Medioambientales. Consejo Superior de Investigaciones Científicas. C/ Serrano 115 dup. 28006, Madrid (España)

INTRODUCCIÓN.

Con el objeto de ampliar las aplicaciones industriales de los caolines, estos pueden ser modificados por tratamientos térmicos, mecánicos y químicos, así como por adsorción e intercalación de compuestos orgánicos produciendo cambios en sus propiedades superficiales y de reactividad (Bergaya et al, 2006).

La pérdida de los grupos OH de la capa octaédrica del caolín se produce alrededor de 600°C, dando lugar a la formación de metacaolín. Según Torres et al (2008) y Mejía et al (2008), el rango de temperaturas que presenta su menor grado de cristalinidad se encuentra entre 700-800° C.

El caolín con la molienda, aumenta su capacidad de intercambio catiónico, su superficie específica, etc. lo que influye de una manera directa en su capacidad de adsorción debido a la formación de sitios adicionales de carga (-Al-OH y -Si-OH) en las capas octaédricas o tetraédricas (Suraj et al, 1998).

La activación química (ácida o básica) incrementa su superficie específica, porosidad y superficie ácida (Komadel et al., 2003). Por otra parte, es cada vez más frecuente encontrar contaminantes como los compuestos orgánicos o hidrocarburos en aguas superficiales y subterráneas y en suelos de nuestro país, lo que presenta una problemática ambiental importante. Por ello, en los últimos años se están realizando numerosas investigaciones, entre las que se encuentran las relacionadas con la capacidad de adsorción de las arcillas tanto naturales como modificadas.

El objetivo de este trabajo es conocer los cambios químicos y espectroscópicos que se producen cuando se somete el caolín a distintas modificaciones y/o activaciones. Posteriormente dichas

muestras se estudiarán como adsorbentes de contaminantes orgánicos y metales pesados.

MATERIALES Y MÉTODOS.

Se han utilizado unas arenas caoliníferas y un caolín lavado, cuyo modelo genético corresponde al modelo sedimentario tipo Alto Tajo.

Las muestras se han sometido a:

- temperaturas de 750°C durante 3 h;
- molidas en un molino oscilante Herzog durante 30 min para las arenas y 60 min para el caolín lavado.

Tanto las muestras naturales como las modificadas térmica y mecánicamente fueron activadas con HCl 6M durante 3 h a 90°C con reflujo o con NaOH 5M en las mismas condiciones que con el tratamiento ácido. Se centrifugaron a 10000 rpm y en los líquidos se determinó el Al y Si por espectroscopía de emisión de plasma (ICP-AES, Perkin-Elmer 5500). Todos los tratamientos se han realizado por duplicado. Las muestras se denominaron de la siguiente forma:

- L = caolín lavado
- M = "todo uno" tamizado a 2 mm
- O = modificación mecánica
- T = modificación térmica
- A = activación ácida
- K = activación alcalina.

Las muestras sólidas fueron analizadas

mediante Espectroscopia de absorción en el infrarrojo en pastillas de KBr (Shimadzu FTIR 8400).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Las muestras sin ninguna modificación o activación, es decir, de las que partimos originalmente, presentan una composición mineralógica, obtenida mediante DRX, del 7% de caolinita, 89% de cuarzo y 4% de feldespato en las muestras denominadas "todo uno", y un 94% de caolinita y 5% de cuarzo en las muestras de caolín lavado.

Respecto a su composición química, obtenida mediante FRX, las muestras de arenas caoliníferas presentan un contenido en Si del 32,71% y de Al un 9,575%, mientras que las muestras de caolín lavado presentan un porcentaje en Si del 20,895% y en Al del 19,84%.

Una vez modificadas térmica o mecánicamente se transformaron en compuestos amorfos. La activación química produce una pérdida de Si y Al. Los porcentajes de pérdida se calcularon en base a los contenidos en Si y Al de las muestras de origen (ver tabla 1).

La cantidad de Si extraído con la activación ácida es prácticamente nula tanto en las muestras de caolín lavado como en las de "todo uno"; con el tratamiento alcalino el porcentaje extraído de Si en las dos muestras es algo mayor que con el ácido,

		Muestra					
		Tratamiento					
% Si extraído	Álcali	2,80	1,76	1,57	1,98	12,52	2,57
	% Al extraído	Álcali	1,84	2,17	1,25	6,06	1,35
Ácido		3,85	71,60	44,67	1,67	33,90	35,33

Tabla 1. Porcentaje de Al y Si extraído de las muestras de caolín con tratamiento ácido y alcalino.

palabras clave: Caolinita, Activación Ácida, Activación Alcalina, Metacaolinita, Amorfización.

key words: Kaolinite, Acid-Activation, Alkali-Activation, Metakaolinite Amorphization.

acentuando la muestra MO donde se extrae en mayor proporción, esto es debido a que parte del cuarzo ha roto su estructura y el Si de los bordes es más fácilmente extraíble.

El porcentaje de Al extraído con la activación alcalina es pequeño en las muestras de lavadero, pero sin embargo es sorprendentemente importante en las muestras M y MT, pero no en la MO.

Con la activación ácida el porcentaje de Al extraído es muy alto en la muestra LO y en menor proporción en la muestra LT, siendo escasa en la muestra L. En las muestras "todo uno" el comportamiento

es semejante aunque en este caso, el Al extraído es similar tanto en la muestra MT como en la MO.

Observando los espectros de absorción en el infrarrojo (FTIR) (ver figuras 1 y 2), la activación ácida o alcalina no modifican por sí solas los espectros en las muestras "todo uno" o de caolín lavado.

Con la modificación mecánica o térmica en las muestras "todo uno", desaparecen las bandas Al-OH (937 y 913 cm⁻¹) y las correspondientes al Si-O-Al (540 cm⁻¹). Las bandas que se observan en la MO son solamente las

bandas de tensión del cuarzo Si-O (1170, 1090, 875, 799, 779 y 698 cm⁻¹) y de deformación (515, y 465 cm⁻¹), éstas bandas se observan también en la muestra MT pero más anchas.

En las muestras MOA y MTA, no se observan cambios en el espectro, en cambio las muestras MOK y MTK, aparecen nuevas bandas a 1066 y 1018 cm⁻¹ que podrían ser asignadas a la formación de un nuevo compuesto tipo zeolítico.

En las muestras de caolín lavado las modificaciones mecánicas y térmicas también producen la desaparición de las bandas del Al como ocurre en la muestra "todo uno" y las bandas del Si-O se ensanchan. En la muestra LT, aparece una banda ancha a 1205 cm⁻¹, y también otra entre 870 y 800 cm⁻¹, esta última según Sanz et al. (1988), es asignada a la transformación de Al^{VI} a Al^{IV}. Luissier (1991) señaló que cuando disminuye el n° de coordinación del Al su extracción con ácido es más fácil produciendo un material más poroso, por ello, en la LTA el porcentaje de extracción es del 44,67%, esto también habrá ocurrido en la muestra LOA en la que se ha extraído el 71,60%.

REFERENCIAS.

Bergaya F., Theng B.K.G., Lagaly G. (2006): *Handbook of Clay Science*. Elsevier.

Komadel P., Madejová J., Hrobariková J., Janek M., Bujdak J. (2003): Fixation of Li⁺ cations in montmorillonite upon heating. *Solid State Phenomena*, **90/91**, 497-502

Luissier R.J. (1991): A novel clay-based catalytic material-preparation and properties. *Journal of Catalysis*, **129**, 225-237

Mejía de Gutierrez R., Torres J., Vizcayno C., Castelló R. (2008): Influence of the calcination temperature of kaolin on the mechanical properties of blended mortars and concretes. *Clay Minerals*, **43**, 155-161.

Sanz J., Madani A., & Serratos J.M. (1988): Aluminum-27 and Silicon-29 Magic-Angle Spinning Nuclear Magnetic Resonance study of the Kaolinite-Mullite Transformation. *Communications of the American Ceramic Society*, **71**, C418-C421.

Suraj G., Iyer C.S.P., Lalithambika M. (1998): Adsorption of cadmium and copper by modified kaolinites. *Applied Clay Science*, **13**, 293-306

Torres J., Mejía de Gutierrez R., Castelló R., Vizcayno C. (2008): Hydration process in ordinary portland cement paste with thermally treated kaolin. *Rev. Fac. Ing Univ Antioquia* **45**, 77-85.

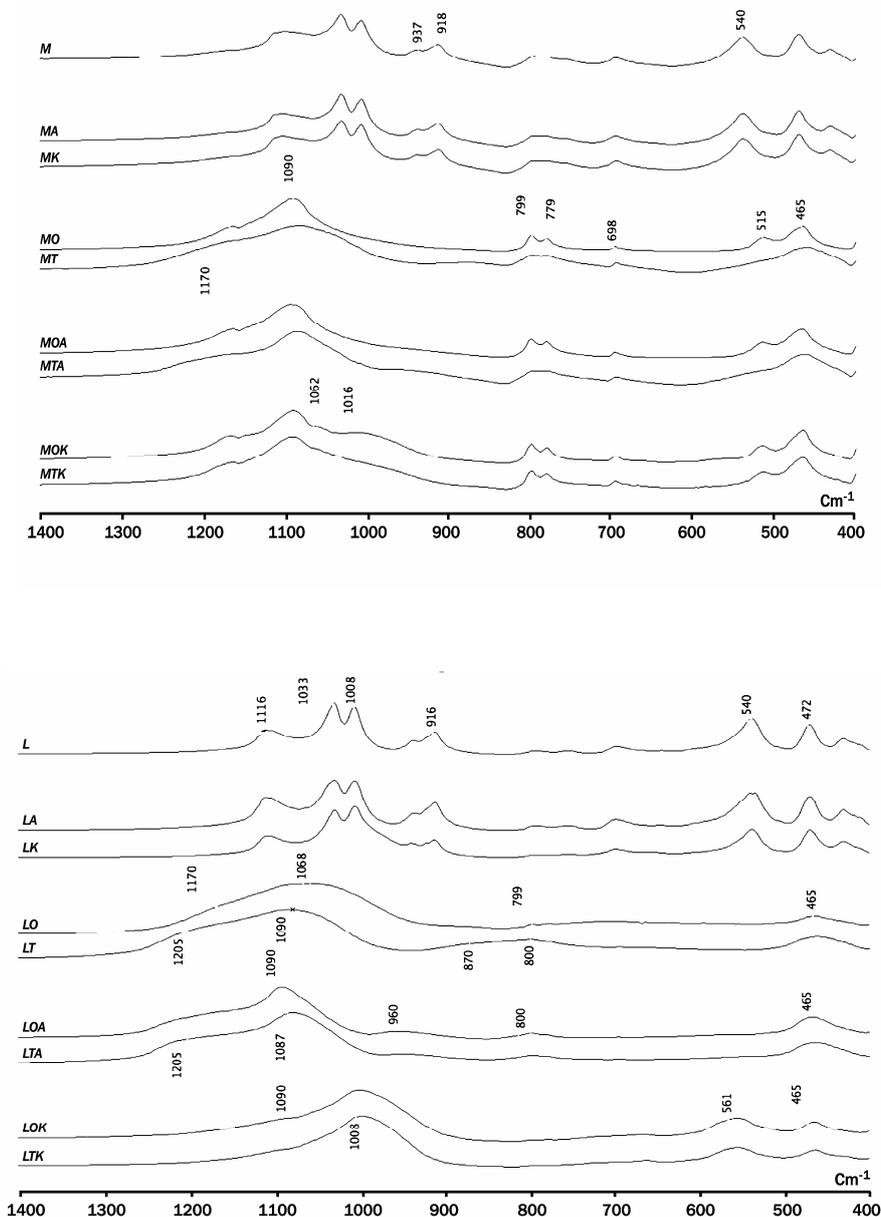


fig. 1 y 2. Espectros de absorción en el infrarrojo (FTIR).