

Caracterización de SiO₂ obtenido a partir de fuentes naturales

L. Cajero Sotelo¹, M.E. Nicho Díaz¹, U. León Silva¹, M.R. Díaz Guillén², R. Salgado Delgado³,
E. García Hernández³ y E. Díaz Barriga Castro⁴

¹Universidad Autónoma del Estado de Morelos, Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas, Avenida Universidad No. 1001, Col. Chamilpa, C.P. 62209, Cuernavaca, Mor., México, liliana.cajero@uaem.edu.mx, ulises.leon@uaem.mx y menicho@uaem.mx

²Instituto Nacional de Electricidad y Energías Limpias, Avenida Reforma No. 113, Col. Palmira, C.P. 62490, Cuernavaca, Mor., México, mario.diaz@ineel.mx

³Tecnológico Nacional de México Campus Zacatepec, Calzada Tecnológico No. 27, Col. Plan de Ayala, C.P. 62780, Zacatepec, Mor., México, rene.sd@zacatepec.tecnm.mx y edgar.gh@zacatepec.tecnm.mx

⁴Centro de Investigación en Química Aplicada, Boulevard Enrique Reyna Hermosillo No. 140, C.P. 25294, Saltillo, Coah., México, enrique.diazbarriga@ciqa.edu.mx+

Resumen

En la presente investigación se desarrolló un proceso termoquímico para obtener dióxido de silicio (SiO₂) a partir del bagazo de caña de azúcar (BC) y cascarilla de alpiste (CA), los cuales son residuos no deseables de la industria azucarera y alimenticia. La utilización de este tipo de residuos permite darle un valor agregado al producto principal y contribuir con una economía circular. El BC y la CA se trataron con ácido clorhídrico (HCl) o ácido acético (CH₃COOH) antes del proceso de calcinación con la finalidad de mejorar el rendimiento en la obtención del SiO₂ y eliminar algunas impurezas inorgánicas. Las muestras de SiO₂ obtenidas a partir de BC y CA se caracterizaron por espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR), microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopía de rayos X de energía dispersiva (EDS), espectroscopía de luz ultravioleta y visible (UV-Vis), difracción de rayos X (XRD) y microscopía electrónica de transmisión (TEM). De acuerdo con los resultados de la caracterización fisicoquímica, los materiales obtenidos corresponden a SiO₂ amorfo con un tamaño de partícula < 50 nm. De acuerdo con la literatura, las propiedades fisicoquímicas del SiO₂ podrían ser las adecuadas para su aplicación en protección contra la corrosión y ventanas inteligentes.

Palabras clave— Bagazo de caña, cascarilla de alpiste, dióxido de silicio, proceso termoquímico.

Abstract

In the present research, a thermochemical process was developed to obtain silicon dioxide (SiO₂) from sugarcane bagasse (BC) and bird seed husk (CA), which are undesirable wastes from the sugar and food industry. The use of this type of waste provides added value to the main product and contributes to a circular economy. BC and CA were treated with hydrochloric acid (HCl) or acetic acid (CH₃COOH) before the calcination process in order to improve the yield in obtaining SiO₂ and remove some inorganic impurities. The SiO₂ samples obtained from BC and CA were characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), ultraviolet and visible light spectroscopy (UV-Vis), X-ray diffraction (XRD) and transmission electron microscopy (TEM). According to the results of the physicochemical characterization, the materials obtained correspond to amorphous SiO₂ with a particle size < 50 nm. According to the literature, the physicochemical properties of SiO₂ could be suitable for its application in corrosion protection and smart windows.

Keywords— Sugarcane bagasse, birdseed husk, silicon dioxide, thermochemical process.

I. INTRODUCCIÓN

Los problemas ambientales que está enfrentando la humanidad han obligado a algunas empresas, centros de investigación y gobiernos a generar alternativas más verdes para la fabricación de sus productos con materiales sostenibles. Un material sostenible que tiene un gran número de aplicaciones, es el dióxido de silicio (SiO₂) debido a sus propiedades semiconductoras [1], absorbentes [2] y anticorrosivas [3], entre otras. El SiO₂ se encuentra en la naturaleza como cuarzo y se puede extraer de la arena y otros minerales. Sin embargo, la minería y extracción trae consigo problemas como la erosión y contaminación del suelo [4]. Otra fuente de SiO₂ son las plantas (esencial para su crecimiento), por lo que también se podría obtener SiO₂ a partir de algunos residuos agroindustriales. En este trabajo, se presenta un proceso termoquímico para la extracción de SiO₂ contenido en

dos residuos agroindustriales, el bagazo de caña (BC) y la cascarilla de alpiste (CA). La utilización de este tipo de residuos permite darle un valor agregado al producto principal, valorizar el residuo y contribuir con el cuidado del medio ambiente. Los materiales obtenidos fueron caracterizados mediante las técnicas de FTIR, SEM, EDS, UV-Vis, TEM y XRD.

II. METODOLOGÍA

Se realizó el mismo proceso de extracción del SiO₂ para el BC y la CA, el cual está basado en lo reportado por Embong et al., 2016 y por Vergara-Juárez et al., 2021 [5, 6]. El proceso se realizó en tres etapas: 1. Acondicionamiento del material, que consistió en la limpieza, lavado y pretratamiento con HCl 1M o CH₃COOH 1M o sin tratamiento (tres diferentes muestras), para evaluar el efecto de cada ácido en la remoción de la materia orgánica, 2. Calcinación del material y 3. Purificación de las cenizas con la finalidad de eliminar otro tipo de óxidos

metálicos. De acuerdo con la literatura [7] una mayor pureza en el SiO₂ podría beneficiar las propiedades deseadas para su aplicación en algunos dispositivos tecnológicos.

A. Acondicionamiento del material

Se retiraron de forma manual los materiales no deseados en la CA o BC. Posteriormente, la CA o el BC, se enjuagó con agua corriente, y se secó a 60 °C durante 24 h. Después, el material seco se tamizó en una malla número 200. Entonces, 25 g de material se trataron con 300 mL de ácido acético (CH₃COOH) 1M o 300 mL de ácido clorhídrico (HCl) 1M, en agitación a 95 °C durante 2 h. Posteriormente, el material se lavó con abundante agua corriente hasta llegar a un pH de 7. Por último, el material se secó a 60 °C durante 24 h.

B. Calcinación

La calcinación del material se realizó a 800 °C por 3 h, utilizando muestras de 5 g de cada material pretratado con uno de los dos ácidos y de los materiales sin tratar. Después, el material calcinado se dejó enfriar a temperatura ambiente y se resguardó en un desecador.

C. Purificación

La ceniza obtenida, se purificó como sigue: a 1 g de ceniza, se le agregó 75 mL de hidróxido de sodio (NaOH) 2.5 N y se llevó a reflujo constante por 3 h. Posteriormente, se filtró la solución aun estando caliente y el material se lavó con 50 mL de agua destilada caliente. Una vez enfriada la solución se adicionó ácido sulfúrico (H₂SO₄) 2.5 N hasta llegar a un pH de 2. Después, se le agregó hidróxido de amonio (NH₃OH) hasta subir a un pH de 8.5. Posteriormente, la solución con el precipitado se dejó reposando por 3 h a temperatura ambiente. Entonces, el producto se filtró y se lavó con agua destilada hasta llegar a un pH de 7. El material obtenido se secó a 60 °C por 24 h. A continuación, el material seco se llevó a reflujo constante con ácido clorhídrico (HCl) 6 N por 4 h y se dejó enfriar a temperatura ambiente. Posteriormente, la solución se filtró, el material se enjuagó hasta llegar a pH de 7 y se secó a 60 °C por 24 h. Subsiguientemente, el material se llevó a reflujo con NaOH 2.5 N por 5 h, se filtró en caliente y se lavó con 50 mL de agua caliente. Después, se adicionó H₂SO₄ 2.5 N hasta llegar a un pH de 7.5 a 8. El producto se dejó precipitando por 3 h para luego filtrarlo y enjuagarlo con agua destilada hasta llegar a un pH de 7. Por último, el hidrogel se secó a 60 °C por 24 h y el material obtenido se molió y pesó para su resguardo en recipientes limpios, secos y herméticos.

III. CARACTERIZACIÓN

La caracterización de los materiales se realizó utilizando las siguientes técnicas de laboratorio: FTIR con reflectancia total atenuada (ATR) en un espectrofotómetro marca Perkin Elmer, modelo Spectrum Two. Se realizaron 16 barridos en un intervalo de longitud de onda de 4000 a 500 cm⁻¹. Para la obtención e imágenes y composición elemental se utilizó un SEM/EDS marca JEOL; las muestras se recubrieron con oro para su observación. Los análisis de UV-Vis se realizaron en un

equipo marca Thermo modelo Genesys 10 UV Scanning, se hizo un barrido de 190 a 1100 nm, utilizando agua como solvente. La morfología y tamaño de partícula se determinó en un TEM marca TITAN de 80 a 300 kV. Para determinar si el material era cristalino o amorfo se utilizó la XRD en un equipo de la marca Malvern Panalytical modelo Empyrean, el ángulo 2 theta que se analizó fue de 5 a 70°, con un tamaño de paso de 0.02° y el valor de longitud de onda fue de 1.54184 Angstroms.

IV. RESULTADOS

Los porcentajes de remoción de materia orgánica después del pretratamiento ácido se presentan en la Tabla I. Se puede observar que independientemente del material que se haya tratado, existe un mayor porcentaje de remoción con el pretratamiento de HCl 1M debido a que este ácido fuerte, tiene una capacidad de disociarse completamente (H₃O⁺ y Cl⁻) en presencia de H₂O lo que provoca una mayor interacción con la parte orgánica superficial de las fibras de la materia prima, especialmente con los grupos OH⁻ presentes en la celulosa (C₆H₁₀O₅)_n. En la cascarilla de alpiste se tuvo una mayor remoción de materia orgánica debido a una menor concentración de estructuras complejas, tales como la lignina, que dificulta la plena interacción con el ácido.

TABLA I
PORCENTAJE DE REMOCIÓN DE MATERIA ORGÁNICA

Material	Tratamiento ácido	
	HCl 1M	CH ₃ COOH 1 M
Cascarilla de Alpiste (%)	48.6	23
Bagazo de Caña (%)	41.6	10.7

En la Tabla II, se presenta el contenido de cenizas obtenido después de la calcinación de los materiales. Se observó un mayor porcentaje de cenizas cuando los materiales fueron pretratados con HCl 1M. Sin embargo, se obtuvo el menor porcentaje de cenizas con el bagazo de caña en todos los casos (sin y con pretratamiento ácido).

La cascarilla de alpiste sin pretratamiento y con tratamiento ácido (HCl 1M o CH₃COOH 1M) presentó el porcentaje más alto de cenizas debido a que tiene un mayor contenido de compuestos inorgánicos en su estructura, los cuales son principalmente óxidos de: calcio, magnesio, hierro, aluminio, sodio, potasio, manganeso [5, 7], y mayoritariamente el SiO₂.

TABLA II
CONTENIDO DE CENIZAS

Material	Tratamiento ácido		
	Sin tratamiento	HCl 1M	CH ₃ COOH 1M
Cascarilla de Alpiste (%)	11.7	25.8	19.0
Bagazo de Caña (%)	6.7	8.7	4.0

Después del proceso de purificación se determinaron los porcentajes de rendimiento, los cuales se presentan en la Tabla III. Se puede observar que con la cascarilla de alpiste pretratada con los dos ácidos hay un mayor rendimiento respecto a la cascarilla sin tratar. Con el bagazo de caña el mayor

rendimiento se obtuvo con el pretratamiento de HCl 1M. Sin embargo, con la cascarilla de alpiste el mayor rendimiento fue obtenido con el pretratamiento de CH₃COOH 1M. La cascarilla de alpiste presentó los mayores porcentajes de rendimiento en la obtención de SiO₂. Los porcentajes de rendimiento del bagazo de caña fueron similares a los reportados en la literatura [8].

TABLA III
PORCENTAJE DE RENDIMIENTO DESPUÉS DE LA PURIFICACIÓN

Material	Tratamiento ácido		
	Sin tratamiento	HCl 1M	CH ₃ COOH 1M
Cascarilla de Alpiste (%)	85.3	86.0	90.0
Bagazo de Caña (%)	66.7	71.4	62.5

Los espectros de FTIR de los materiales se presentan en las Figuras 1 y 2. En el espectro del bagazo de caña (Figura 1) se observaron las señales características de la celulosa; los estiramientos de los enlaces C-O-C en 1035 cm⁻¹, C-O en 1110 cm⁻¹, -OH en 1166 cm⁻¹ y O-H en 1630 cm⁻¹. También, se observó el estiramiento asimétrico C-H del -CH₂ en 2902 cm⁻¹ y la flexión del -OH en 3335 cm⁻¹[6]. Los espectros del SiO₂ obtenido a partir de bagazo de caña sin tratar y con los pretratamientos ácidos presentaron las señales previamente reportadas en la literatura para SiO₂ [9]; los estiramientos simétricos Si-O-Si en 799 cm⁻¹, Si-O en 960 cm⁻¹ y el estiramiento asimétrico del Si-O-Si en 1065 cm⁻¹.

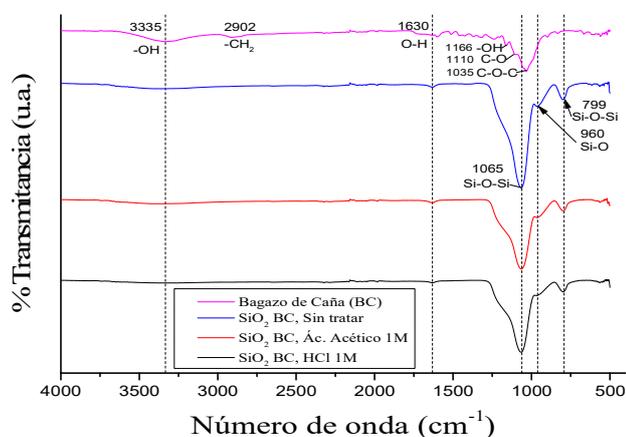


Fig. 1. Espectros de FTIR del Bagazo de Caña y su SiO₂.

Los espectros de FTIR del SiO₂ obtenido a partir de la cascarilla de alpiste sin tratar y pretratada con los ácidos se presentan en la Figura 2. Se observaron las mismas señales correspondientes al SiO₂ descritas anteriormente para el bagazo de caña. El espectro FTIR de la cascarilla de alpiste presenta señales correspondientes a los estiramientos de los enlaces C-O-C en 1016 cm⁻¹ y O-H en 1620 cm⁻¹, presentes en la celulosa [6].

En la Figura 3, se presentan las imágenes SEM de las seis muestras de SiO₂ obtenidas a partir de la cascarilla de alpiste (a-c) y del bagazo de caña (d-f). Las Figuras 3a y 3d, son las imágenes del SiO₂ obtenido de la cascarilla de alpiste y el

bagazo de caña, respectivamente, sin tratar. Las Figuras 3b y 3e, son las imágenes del SiO₂ obtenido de la cascarilla de alpiste y el bagazo de caña, respectivamente, tratados con HCl 1M. Por último, las imágenes de la Figura 3c y 3f son de la cascarilla de alpiste y el bagazo de caña, respectivamente, tratados con CH₃COOH 1M. Se observa que en la superficie del SiO₂ existen aglomerados, partículas de diferentes tamaños, poros, y zonas lisas y rugosas. Se observó una mayor aglomeración de partículas, mayor porosidad así como rugosidad con el tratamiento de CH₃COOH 1M, esto posiblemente se debe a que el ácido no es fuerte por lo que su interacción con las fibras no es profunda y homogénea, ocasionando que la superficie de la fibra presente el aspecto previamente mencionado.

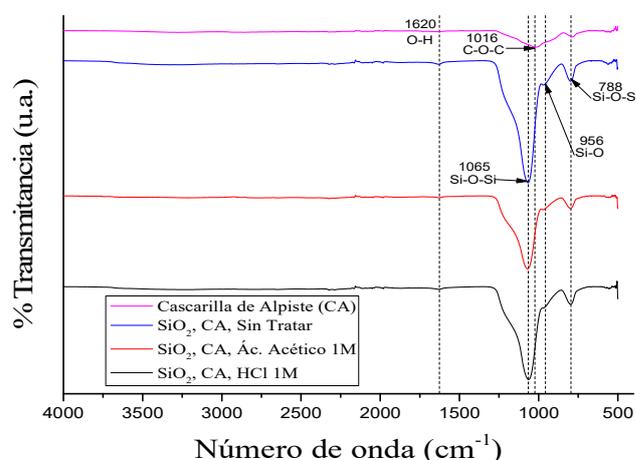


Fig. 2. Espectros de FTIR de la Cascarilla de Alpiste y su SiO₂.

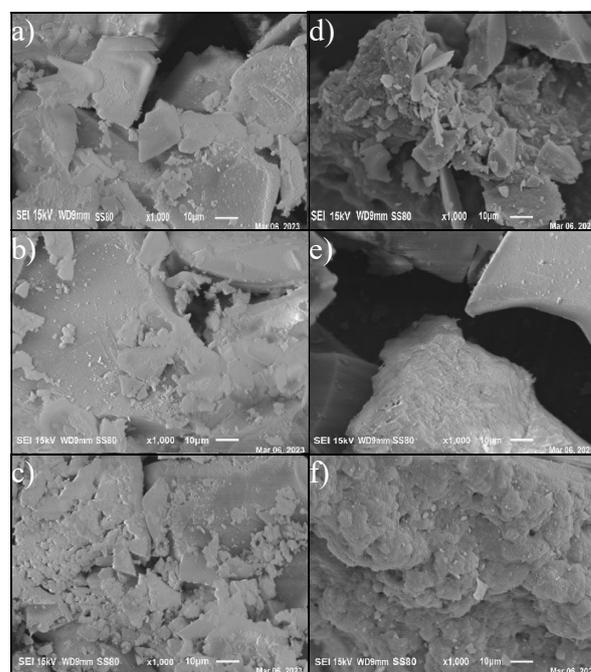


Fig. 3. Microscopías de SiO₂ obtenido a partir de: a) cascarilla de alpiste sin tratar, b) cascarilla de alpiste tratada con HCl 1M, c) cascarilla de alpiste tratada con CH₃COOH 1M, d) bagazo de caña sin tratar, e) bagazo de caña tratado con HCl 1M y f) bagazo de caña tratado con CH₃COOH 1M.

Los resultados obtenidos en el análisis por EDS para las muestras de SiO₂ se presentan en la Tabla IV. En todas las muestras se identificaron los elementos Si y O del SiO₂. Los porcentajes obtenidos de cada elemento son aproximados al porcentaje en masa atómica dentro del SiO₂ (46.74% para el Si y 53.26% para el O), corroborando con esto, la obtención de este compuesto a partir de la cascarilla de alpiste y del bagazo de caña.

TABLA IV
RESULTADOS EDS

Muestra	% mol, Si	% mol, O	Total
SiO ₂ , Bagazo de caña, sin tratar.	41.19	58.81	100.0
SiO ₂ , Bagazo de caña, tratado con HCl 1M.	43.33	56.67	100.0
SiO ₂ , Bagazo de caña, tratado con Ác. acético 1M.	52.98	47.02	100.0
SiO ₂ , Cascarilla de alpiste, sin tratar.	41.58	58.42	100.0
SiO ₂ , Cascarilla de alpiste, tratado con HCl 1M.	41.73	58.27	100.0
SiO ₂ , Cascarilla de alpiste, tratado con Ác. acético 1M.	44.04	55.96	100.0

Los espectros de UV-Vis para el SiO₂ obtenido a partir de la cascarilla de alpiste y bagazo de caña sin tratar y tratados con los ácidos, se presentan en la Figura 4. Todos los espectros presentan el mismo patrón de absorción, el cual coincide con el espectro de UV-Vis de SiO₂ reportado por Vergara-Juárez, 2021, [10]. El SiO₂ obtenido a partir de la cascarilla de alpiste pretratada con HCl 1M, presentó una mayor absorción en el rango de 190 a 390 nm posiblemente se debe a que se utilizó una mayor cantidad del compuesto en la prueba.

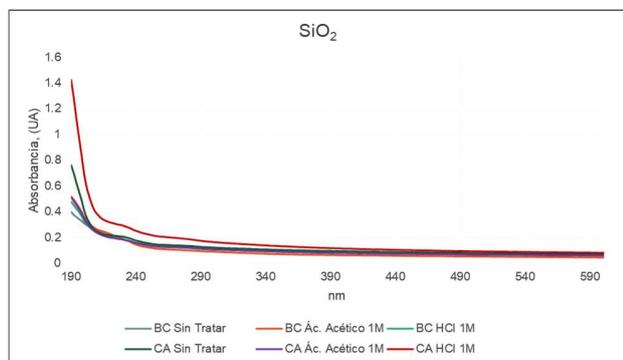


Fig. 4. Espectros UV-Vis de las diferentes muestras de SiO₂ extraído de Bagazo de Caña (BC) y de Cascarilla de Alpiste (CA).

En la Figura 5 se presentan los difractogramas de XRD para las muestras de SiO₂ obtenidas a partir de la cascarilla de alpiste y el bagazo de caña con y sin pretratamiento con HCl 1M. Los difractogramas presentan un pico ancho en 22° (eje 2 theta) característico del SiO₂ amorfo [11]. La muestra de SiO₂ obtenido a partir de bagazo de caña sin pretratamiento ácido, presenta una señal muy débil en 34° (eje 2 theta) aprox. La cual se atribuye a impurezas inorgánicas presentes en las cenizas de bagazo de caña [7]. Esto indica que el tratamiento ácido en el bagazo de caña permitió la eliminación de esas impurezas, debido a que en el difractograma correspondiente no se observó la señal en 34°.

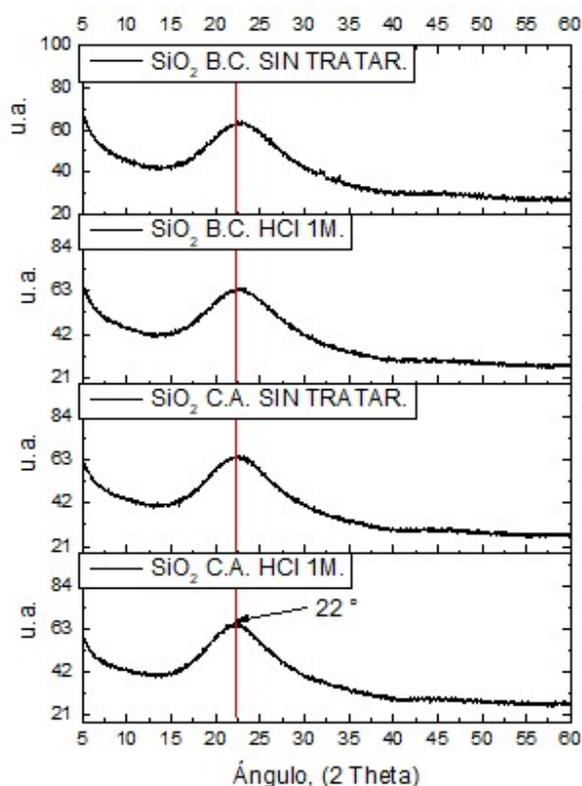


Fig. 5. Difractogramas de las diferentes muestras de SiO₂ extraído del bagazo de caña (B.C.) y la cascarilla de alpiste (C.A.) sin y con pretratamiento con HCl 1M.

Las micrografías de TEM para SiO₂ obtenido a partir de la cascarilla de alpiste y el bagazo de caña sin pretratamiento ácido se muestran en las Figuras 6 y 7. En ambas micrografías se observó que las partículas de SiO₂ se aglomeran posiblemente debido a atracciones generadas por las diferencias de electronegatividades entre los átomos de oxígeno (3.4 Pauling) y del silicio (1.9 Pauling) de las moléculas de SiO₂. Estas partículas tienen un tamaño aproximado entre 50 y < 50 nm. En las Figuras 8 y 9 se muestran los histogramas en porcentaje de la distribución de los tamaños de partícula, los cuales indican un tamaño menor a 50 nm, demostrando que con el proceso desarrollado se obtuvieron nanopartículas de SiO₂.

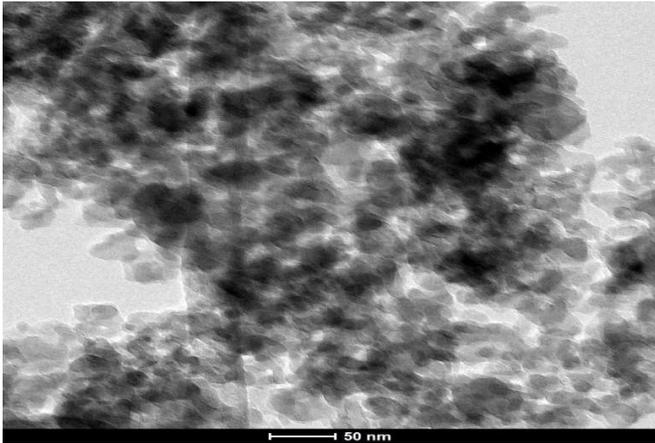


Fig. 6. Micrografía de TEM del SiO₂ obtenido a partir de cascarilla de alpiste sin tratar.

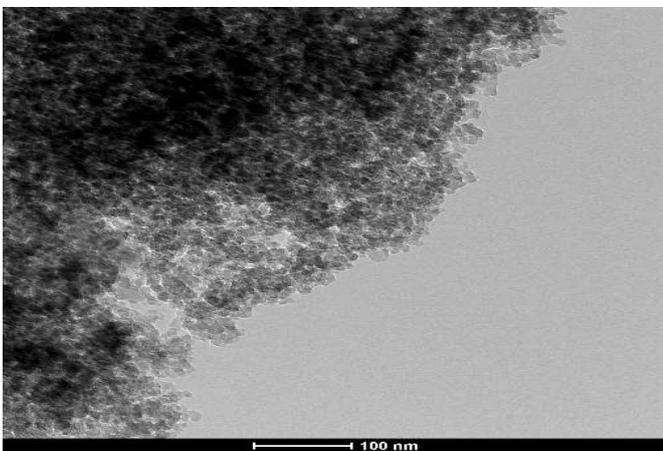


Fig. 7. Micrografía de TEM del SiO₂ obtenido a partir de bagazo de caña sin tratar.

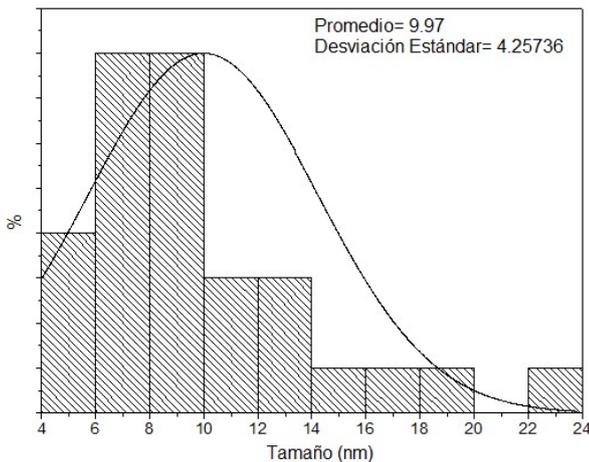


Fig. 8. Histograma de los tamaños de partícula por TEM del SiO₂ obtenido a partir de cascarilla de alpiste sin tratar.

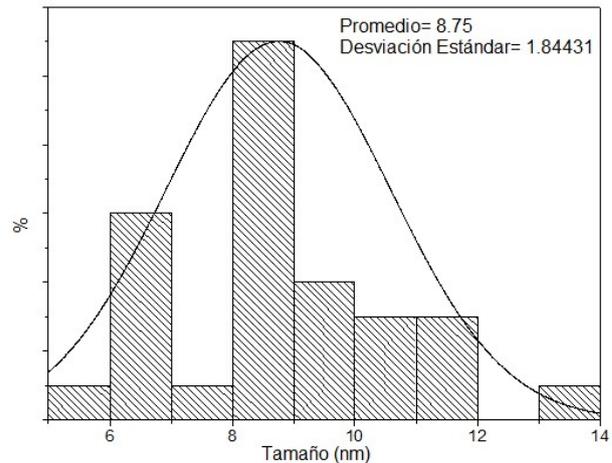


Fig. 9. Histograma de los tamaños de partícula por TEM del SiO₂ obtenido a partir de bagazo de caña sin tratar.

V. CONCLUSIONES

El proceso termoquímico desarrollado permitió obtener nanopartículas de SiO₂ amorfo a partir de la cascarilla de alpiste y bagazo de caña, los cuales son residuos agroindustriales no deseables. Con la cascarilla de alpiste pretratada con HCl 1M y CH₃COOH 1M se obtuvo un mayor rendimiento de producto respecto a la cascarilla sin tratar. Así mismo, el mayor rendimiento con el bagazo de caña se obtuvo con el pretratamiento de HCl 1M y con cascarilla de alpiste con el pretratamiento de CH₃COOH 1M. Las impurezas inorgánicas eliminadas con dichos tratamientos ácidos, en el bagazo de caña pueden ser deseadas para algunas aplicaciones, por ejemplo, en el desarrollo de ventanas inteligentes porque los óxidos metálicos presentes en el compuesto mejoran los tiempos de conmutación. El SiO₂ obtenido a partir de la cascarilla de alpiste pretratada con HCl 1M, presentó una mayor absorción en el UV-Vis. En las imágenes del SEM se observó en todas las muestras de SiO₂ una morfología superficial rugosa y porosa, la cual podría ser muy útil en el desarrollo de dispositivos de almacenamiento de energía y sensores, debido a que se necesita un área superficial relativamente grande para una mayor eficiencia en dichos dispositivos.

REFERENCIAS

- [1] Mott, N. F. (1977). Silicon dioxide and the chalcogenide semiconductors; similarities and differences. *Advances in Physics*, 26(4), 363-391. <https://doi.org/10.1080/00018737700101413>
- [2] Panão, C. O., Campos, E. L. S., Lima, H. H. C., Rinaldi, A. W., Lima-Tenório, M. K., Tenório-Neto, E. T., Guilherme, M. R., Asefa, T., & Rubira, A. F. (2019). Ultra-absorbent hybrid hydrogel based on alginate and SiO₂ microspheres: A high-water-content system for removal of methylene blue. *Journal of Molecular Liquids*, 276, 204-213. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.11.157>
- [3] Wan, K., Mei, C., Liu, W., Zhang, X., Zou, Z., & Su, H. (2024). Improved high-frequency and anti-corrosion performance of FeNi soft magnetic composites through regulating SiO₂ shell growth in a dual silicon source involved route. *Surfaces and Interfaces*, 44, 103691. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2023.103691>

- [4] Gottesfeld, P., Tirima, S., Anka, S. M., Fotso, A., & Nota, M. M. (2019). Reducing Lead and Silica Dust Exposures in Small-Scale Mining in Northern Nigeria. *Annals of Work Exposures and Health*, 63(1), 1-8. <https://doi.org/10.1093/annweh/wxy095>
- [5] Embong, R., Shafiq, N., & Kusbiantoro, A. (2016). Silica extraction and incineration process of sugarcane bagasse ash (scba) as pozzolanic materials: a review. *II*(11).
- [6] Vergara-Juárez, F., Baray-Calderón, A., León-Silva, U., Delgado-Arroyo, F., & Nicho, M. E. (2021). Effect of incorporating silica extracted from natural source in poly(3-hexylthiophene-2,5-diyl). *Journal of Polymer Research*, 28(12), 485. <https://doi.org/10.1007/s10965-021-02852-z>
- [7] Falk, G., Shinhe, G. P., Teixeira, L. B., Moraes, E. G., & De Oliveira, A. P. N. (2019). Synthesis of silica nanoparticles from sugarcane bagasse ash and nano-silicon via magnesiothermic reactions. *Ceramics International*, 45(17), 21618-21624. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.07.157>
- [8] Chusilp, N., Jaturapitakkul, C., & Kiattikomol, K. (2009). Effects of LOI of ground bagasse ash on the compressive strength and sulfate resistance of mortars. *Construction and Building Materials*, 23(12), 3523-3531. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.06.046>
- [9] Shi, B., Xie, L., Ma, B., Zhou, Z., Xu, B., & Qu, L. (2022). Preparation and Properties of Highly Transparent SiO₂ Aerogels for Thermal Insulation. *Gels*, 8(11), 744. <https://doi.org/10.3390/gels8110744>
- [10] Vergara-Juárez, F., "Síntesis y caracterización de compósitos poliméricos a base de P3HT y materiales naturales", (2021), UAEM, México, tesis de doctorado.
- [11] Mehravar, M., Mirjalili, B. B. F., Babaei, E., & Bamoniri, A. (2021). Nano-SiO₂/DBN: An efficacious and reusable catalyst for one-pot synthesis of tetrahydrobenzo[b]pyran derivatives. *BMC Chemistry*, 15(1), 34. <https://doi.org/10.1186/s13065-021-00760-3>