



Obtención de dióxido de titanio a partir de arenas ferrotitaníferas ecuatorianas mediante el método del cloro

Titanium dioxide extraction from ecuadorian titaniferous sands by the chloride method

Obtenção de dióxido de titânio de areias ferrotitaníferas equatorianas usando o método de cloro

Adrián Alejandro Rodríguez-Pinos ^I
adrian.rodriguez@esPOCH.edu.ec
<https://orcid.org/0000-0002-7157-1877>

María Augusta Guadalupe-Alcoser ^{III}
ma.guadalupe@uea.edu.ec
<https://orcid.org/0000-0002-0547-215X>

Karina Gabriela Salazar-Llangarí ^{II}
salazarkarinag88@gmail.com
<https://orcid.org/0000-0003-0527-3289>

Diego Fabricio Guerrero-Bonilla ^{IV}
diego.guerrero@esPOCH.edu.ec
<https://orcid.org/0000-0003-1504-1924>

Correspondencia: adrian.rodriguez@esPOCH.edu.ec

Ciencias técnicas y aplicadas
Artículos de investigación

***Recibido:** 16 de marzo de 2021 ***Aceptado:** 22 de abril de 2021 * **Publicado:** 05 de mayo de 2021

- I. Máster en Ciencias Ingeniería Química, Ingeniero Químico, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Chimborazo, Riobamba, Ecuador.
- II. Máster Universitario en Química Sostenible, Ingeniera Química, Laboratorios Acosta y Compañía AQLAB, Orellana, Puerto Francisco de Orellana, Ecuador.
- III. Magister en Ingeniería Química Aplicada, Ingeniera Química, Universidad Estatal Amazónica, Puyo, Pastaza, Ecuador.
- IV. Ingeniero Químico, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Chimborazo, Riobamba, Ecuador.

Resumen

El presente estudio tuvo como objetivo procesar arenas ferrotitaníferas obtenidas en San Lorenzo, Esmeraldas, Ecuador mediante el método del cloro para producir dióxido de titanio de alta pureza. Las propiedades físicas de las arenas fueron las siguientes: pH de 7,30; conductividad eléctrica de 909 us/cm; según la tabla de Munsell Soil Color Book una tonalidad de 2,5/1 que significa coloración negra. Además, una textura de suelo arenoso, densidad aparente de 2,742 g/cm³, densidad real de 3,486 g/cm³ y el porcentaje de materia orgánica encontrada fue de 7,67%. Con respecto a la composición química en torno a óxidos inorgánicos, los componentes principales fueron Fe₂O₃ con 63,35% y TiO₂ con 26,59%, siendo este último el producto de interés para la investigación. Las arenas fueron procesadas en tres etapas en donde se analizaron las mejores condiciones. Para la lixiviación, una temperatura de 100°C, tiempo de 6h, agitación a 250 rpm, y 200mL de HCl a una concentración de 37 % v/v. Para la hidrólisis: temperatura de 25°C, tiempo de 3h y 25mL de NH₄OH al 37 % v/v. Finalmente para la calcinación se procesó el precipitado a una temperatura de 900°C durante 1h. Siguiendo estas 3 etapas, se obtuvo TiO₂ con una pureza del 98,4%.

Palabras claves: Arenas ferrotitaníferas; proceso químico; química inorgánica cloración; dióxido de titanio.

Abstract

Ferrotitaniferous sands from San Lorenzo, Esmeraldas, Ecuador were processed by the chloride method to obtain titanium dioxide of high purity. The physical properties were the following: pH of 7, 20, electric conductivity of 909 us/cm, tonality of 2, 5/1 (black color) with a sand-like texture. The sands had an apparent density, a real density and an organic matter percentage of 2,742 g/cm³, 3,486 g/cm³ and 7, 67%, respectively. The chemical composition of the sands given by FRX was 63, 35% of Fe₂O₃ and 26, 59%, of TiO₂. The optimum conditions of the three processes (lixiviation, hydrolysis, calcination) to obtain titanium dioxide were studied in this research. In the lixiviation stage, temperature was maintained at 100°C, agitation was performed at 250 rpm for 6 hours and 200mL of HCl (30% v/v) was used as the lixiviation agent. In the hydrolysis stage, temperature was maintained at 25°C for 3 hours and 25 mL of NH₄OH (37% v/v) was used. Finally, calcination was performed at 900°C for 1 hour to obtain TiO₂ with a purity of 98,4%.

Keywords: Titaniferous Sand; chemical process; inorganic chemistry; chloride method; titanium dioxide.

Resumo

O objetivo deste estudo foi processar areias ferrotitaníferas obtidas em San Lorenzo, Esmeraldas, Equador, utilizando o método do cloro para a produção de dióxido de titânio de alta pureza. As propriedades físicas das areias foram as seguintes: pH 7,30; condutividade elétrica de 909 $\mu\text{s} / \text{cm}$; de acordo com a tabela do Munsell Soil Color Book, uma tonalidade de 2,5 / 1 que significa coloração preta. Além disso, o solo apresentou textura arenosa, densidade aparente de 2.742 g / cm^3 , densidade real de 3.486 g / cm^3 e a porcentagem de matéria orgânica encontrada foi de 7,67%. Em relação à composição química em torno dos óxidos inorgânicos, os principais componentes foram Fe_2O_3 com 63,35% e TiO_2 com 26,59%, sendo este último o produto de interesse da pesquisa. As areias foram processadas em três etapas onde foram analisadas as melhores condições. Para a lixiviação, temperatura de 100 ° C, tempo de 6h, agitação a 250 rpm, e 200mL de HCl na concentração de 37% v / v. Para hidrólise: temperatura de 25 ° C, tempo de 3h e 25mL de NH_4OH a 37% v / v. Finalmente, para calcinação, o precipitado foi processado a uma temperatura de 900 ° C por 1h. Seguindo essas 3 etapas, TiO_2 foi obtido com uma pureza de 98,4%

Palavras-chave: Ferrotitaniferous sands; Processo químico; cloração química inorgânica; dióxido de titânio.

Introducción

El Ecuador es un país que posee extensas zonas sub-explotadas con respecto a los minerales que contiene. Las arenas ferrotitaníferas es un claro ejemplo de esta situación cuyos yacimientos se pueden aprovechar para la obtención de hierro y titanio. Estas arenas son encontradas en lo amplio del territorio especialmente en la provincia de Esmeraldas (Trujillo, 2015).

Los minerales que se pueden encontrar en las arenas ferrotitaníferas que contienen titanio en su estructura son: brookita, leucoxeno, anastasa, ilmenita y rutilo. Siendo estos dos últimos, de suma importancia en su forma natural para diversas aplicaciones. Sin embargo, también se encuentran otros minerales siendo importante destacar aquellos utilizados para la obtención de hierro como la

hematita y la magnetita (Rodríguez et al., 2020). Los minerales de titanio poseen en su estructura TiO_2 cuyas aplicaciones se mencionan a continuación: mejoramiento de la estética de piezas metálicas, componente de filtros para purificar agua, catalizador de varias reacciones químicas, entre otras aplicaciones.

La ilmenita ($FeTiO_3$) es un mineral de estructura cristalina trigonal y de clase rombohedral con una composición aproximada de 31,56% Ti, 31,63% O, 36,81% de Fe y cantidades pequeñas de otros metales (Klein y Hurlbut, 1997). Los iones de Ti y Fe se alternan en su unión con los de O. El rutilo (TiO_2) es una estructura mineral tetragonal de clase bipiramidal y ditetragonal en la cual los iones de Ti se encuentran acoplados a los iones de O en forma octaédrica, mientras que los iones de O se estructuran en forma triangular con los cationes. En el centro se forma un prisma y en la parte superior e inferior se encuentra pirámides. La anatasa tiene una fórmula química idéntica al rutilo con estructura de mismo tipo. Sin embargo, su morfología se basa solamente en una bipirámide tetragonal. La composición química de estas dos estructuras es comúnmente 60% Ti y 40% O. (Klein, Dana & Hulburt, 2002).

La obtención de dióxido de titanio a partir de diferentes minerales se puede realizar mediante varios procesos. El proceso del sulfato es uno de los más antiguos que utiliza H_2SO_4 para la lixiviación a partir de ilmenita (Trujillo, 2015). Rodríguez et al. 2020, emplearon H_2SO_4 y HF a una concentración de 15% y 10% en volumen, respectivamente, agitación a 330rpm, tiempo de 80 min y una relación material/solvente de 1,8% para obtener un rendimiento de lixiviación del 89%. Otros estudios, como en el de Begum et al. 2012, se realizó un tratamiento térmico previo a la lixiviación con H_2SO_4 , obteniendo así un rendimiento del 60% en titanio. El proceso de Becher utiliza una reducción en hornos a $1200^\circ C$ en donde los metales son transformados a su fase metálica previa a una lixiviación larga a temperaturas moderadas y el uso de H_2SO_4 para obtener TiO_2 con una pureza del 93%. El proceso Benelita es similar al proceso explicado previamente, sin embargo con la optimización de las condiciones se ha logrado obtener TiO_2 con pureza de hasta el 95% (Filippou & Hudon, 2009).

La principal ventaja del método del cloro sobre la del sulfato, es que el ácido clorhídrico es más fácil de recuperar y se pueden obtener purezas comparables de TiO_2 . En varios estudios, se ha comprobado la selectividad de HCl para lixiviar Fe, Ti y se han estudiado las cinéticas de estos procesos. Baba et al., 2009 estudió la lixiviación de arenas con HCl y su respectiva cinética en un rango de temperatura de $30-80^\circ C$, 100 mL de HCl 4M, 10 g de muestra y un tiempo de 2h. En el

Ecuador se han desarrollado algunos estudios para la obtención de dióxido de titanio a partir de arenas ferrotitaníferas de diversos sectores. Trujillo, 2015 en su investigación empleo las siguientes condiciones de proceso para lixiviación: temperatura de 74-78°C, 100 mL de HCl al 37% v/v, tiempo de 6h y una muestra de 10g. Loaiza, 2017 establece las siguientes etapas para la obtención del óxido en el oriente ecuatoriano: concentración de la ilmenita mediante tamizado a 106 um, lixiviación a temperaturas de 70 y 100°C, 10 g de muestra y tiempos de 3 y 6 h, hidrólisis mediante NH₄OH hasta finalizar la precipitación y calcinación a 70°C por 24h. Flores, 2015 experimentó con 10g de arenas ferrotitaníferas y empleó las siguientes condiciones para la lixiviación: temperaturas de 70 y 100°C, HCl y un tiempo=3-6h. Para la hidrólisis y calcinación, utilizó las mismas condiciones que el autor anterior.

En base a estudios previos y la alta probabilidad de obtener dióxido de titanio se propone en la presente investigación el tratamiento de arenas ferrotitaníferas de la zona de San Lorenzo, Esmeraldas mediante el método del cloro a escala experimental y analizar si es factible su obtención a nivel de pureza y rendimiento.

Metodología

Propiedades físicas de las arenas ferrotitaníferas

El material estudiado en esta investigación fue obtenido mediante muestreo aleatorio en la zona de San Lorenzo, Esmeraldas y se analizaron propiedades físicas como pH, conductividad eléctrica, color, densidad aparente, densidad real y materia orgánica mediante métodos estandarizados de laboratorio indicados en la Tabla 1.

Las ecuaciones para determinar la densidad aparente, densidad real y materia orgánica se presentan a continuación:

$$\rho_{aparente} = \frac{W_{probeta+muestra} - W_{probeta}}{V_{probeta}} \left(\frac{g}{cm^3} \right) \quad (1)$$

Donde:

$W_{probeta+muestra}$ = peso de la probeta + muestra (g)

$W_{probeta}$ = peso de la probeta (g)

$V_{probeta}$ = volumen de la probeta (cm³)

$$\rho_{real} = \frac{1}{1 + \frac{W_{picnometro+agua} - W_{picnometro+agua+muestra}}{W_{picnometro+muestra} - W_{picnometro}}} \left(\frac{g}{cm^3} \right) \quad (2)$$

Donde:

$W_{picnometro}$ = peso del picnómetro (g)

$W_{picnometro + muestra}$ = peso del picnómetro con la muestra (g)

$W_{picnometro + muestra + agua}$ = peso del picnómetro con la muestra y con el agua (g)

$W_{picnometro + agua}$ = peso del picnómetro con el agua (g)

$$\%MO = \frac{d-b}{d-c} \times 100 \quad (3)$$

Donde:

b = masa en g del residuo de calcinación.

c = masa en g del crisol.

d = masa en g de la muestra salida de la estufa.

Tabla 1: Propiedades físicas de las arenas ferrotitaníferas

Propiedad	Método.
pH	Se utilizó un potenciómetro de marca Accument modelo AB150. Gonzales, 2015, expone el siguiente procedimiento: <ul style="list-style-type: none"> • Agregar 20 g de muestra y agua destilada en un vaso de precipitación de 100mL. • Agitar por 8 minutos, introducir el electrodo y realizar la respectiva lectura
Conductividad eléctrica	Se empleó un conductímetro de marca Thermo Scientific. Suarez, 2017 propone el siguiente procedimiento: <ul style="list-style-type: none"> • Agregar 20g de muestra y agua destilada en un vaso de precipitación de 100mL. • Agitar por 10 minutos, dejar en reposo por 24h, introducir el electrodo y realizar la respectiva lectura.
Color	Mediante la utilización del Munsell Soil Color Book, se utiliza 20g de muestra y se compara con los estándares indicados en el libro para obtener el color y tonalidad del material.
Densidad aparente	Rubio, 2010 propone el siguiente procedimiento: <ul style="list-style-type: none"> • Pesarse una probeta de 100 mL seca y sin muestra. • Colocar el material hasta un volumen específico y pesarse la probeta con la muestra. • Realizar el cálculo mediante la Ec.1.
Densidad real	Ingaramo et al., 2006 propone emplear los siguientes pasos:

- Pesar un picnómetro de 10mL seco y sin muestra.
- Colocar 1gr de muestra en el picnómetro y registrar el peso.
- El picnómetro que contiene la muestra se afora con agua destilada y se registra el peso.
- Vaciar el picnómetro, aforarlo con agua destilada y registrar el peso.
- Realizar el cálculo mediante la Ec.2.

Materia Orgánica

- Eliminar la humedad del crisol al colocarlo por 30 minutos en un desecador y posteriormente pesar el crisol.
- Se colocan 5g de muestra en el crisol y se seca a 105°C por un periodo de 24 horas. Luego, se pesa el crisol.
- Finalmente el crisol se ingresa a una mufla por 2 horas a una temperatura de 360°C y se registra el peso. Finalmente se utiliza la Ec. 3 para el cálculo respectivo.

Fuente: Elaboración propia

Composición de las arenas ferrotitaníferas

La técnica de fluorescencia de rayos X (FRX) es utilizada para conocer la composición de un material en forma de sus óxidos. Las muestras son sometidas a rayos X de alta energía que permiten a los electrones trasladarse a niveles mayores de energía desprendiendo energía fluorescente propia de rayos X secundarios que es analizada en un detector y transformada a una señal eléctrica; cada óxido metálico desprende una cantidad de energía característica. El modelo del equipo utilizado fue un X SIEMENS SRS 3000 en donde las muestras libres de carbonatos y materia orgánica son secadas, trituradas y empacadas para que el equipo sea capaz de analizarlas. Este equipo fue utilizado para el análisis de las arenas ferrotitaníferas y el producto posterior al tratamiento.

Obtención del dióxido de titanio

Previo a la lixiviación, hidrólisis y calcinación, las muestras de arena son sometidas a una concentración del material o eliminación de material voluminoso e impurezas. Se pesa 1500g de muestra y se lava con agua destilada para posteriormente secarla en una estufa a 30°C por 4 horas. Finalmente, se lleva hacia tamizado y solamente se conserva el material que traspasó la malla de 106 μm ; se tomaron aproximadamente 18 muestras que tengan este tamaño de partícula.

El diseño experimental que se utilizó para el posterior tratamiento de las arenas tamizadas se presenta en la Tabla 2 enfocándose en la variación de la temperatura y el tiempo en la lixiviación

con HCl en donde se realizaron 3 repeticiones para cada tratamiento. Además se mantuvo constante la concentración de HCl al 37%, el volumen de HCL en 200 mL y una cantidad de muestra de 25g. Es importante mencionar que el hidróxido de amonio se agrega paulatinamente hasta alcanzar un pH entre 5 y 6 indicado por el cambio de color de la solución a naranja y se deja en reposo por 3 horas para promover la precipitación.

Tabla 2: Diseño experimental

Tratamiento	Lixiviación	Hidrólisis	Calcinación
1	T=90°C, t=4h		
2	T=90°C, t=5h	25 mL NH ₄ OH (30%	
3	T=90°C, t=6h	v/v)	T=900°C
4	T=100°C, t=4h	T=95°C	t=1 h
5	T=100°C, t=5h	t=3h	
6	T=100°C, t=6h		

Fuente: Elaboración Propia

Resultados y Discusión

Los resultados de las propiedades físicas se indican en la Tabla 3. Se reportan valores promedio junto con la desviación estándar en las propiedades analizadas en 3 repeticiones. Con respecto al pH, se puede evidenciar un valor de 7,3 el cual se encuentra dentro del rango de 6,5-7,5 reportado por Huamán, 2020, indicando valores propios de arenas de tipo ferrotitaníferas. En el caso de la conductividad eléctrica, Hernández, 2012 reporta un valor de 969 us/cm, mientras que en el presente trabajo se obtuvo un valor promedio de 909 us/cm. Las diferencias en estos valores tienen relación con el pH del suelo ya que se alcanzan valores de conductividad mayores cuando el suelo es ligeramente más ácido (Hernandez, 2012).

En el caso del color, comparando con el libro de Munsell Soil Color Book, se observa una tonalidad de 2,5/1 indicando un color negro. Zamora, 2018, por ejemplo reportan valores de negro a gris en el caso de arenas ferrotitaníferas procedentes de otro sector. Por otro lado, la densidad aparente tuvo un valor de 2,742 g/cm³ mientras que el cálculo de la densidad real de la arena fue de 3,486 g/cm³. Según Monge, 1965, las arenas ferrotitaníferas van a tener características diferentes dependiendo de su origen. Sin embargo, el autor establece valores de 3-6 g/cm³ para diferentes muestras de arenas ferrotitaníferas. Finalmente, el porcentaje de materia orgánica presente en las muestras fue de 7,67%. Zamora 2018, obtuvo como resultado 8,21% indicando la presencia de

carbono en su forma natural o restos de seres vivos que se han mantenido en las arenas por varios años.

Tabla 3: Resultados propiedades físicas

Propiedad	Valor	Unidades
pH	7,30±0,07	[H ⁺]
Conductividad eléctrica	909±7,09	us/cm
Color	Negro	-
Densidad aparente	2,742 ±0,203	g/cm ³
Densidad real	3,486 ±0,250	g/cm ³
Materia orgánica	7,67±0,25	%

Fuente: Elaboración Propia

Mediante el uso de la espectroscopía RFX, se pudo analizar la composición de las arenas empleadas en este estudio. En la Tabla 4, se puede observar que el material se compone principalmente de Fe₂O₃ con un 63,35% seguido de TiO₂ con un 26,59% y cantidades muy pequeñas de otros óxidos. Este porcentaje de dióxido de titanio es importante y se puede comparar con valores reportados en otros estudios que se encuentran en un rango del 20-27%. Además, se puede predecir que el mineral principal en estas arenas es ilmenita reportado mediante estudios de difracción de rayos X en varias regiones de Ecuador (Trujillo, 2015), (Flores, 2017) (Loaiza, 2017).

Tabla 4: Resultados composición química FRX

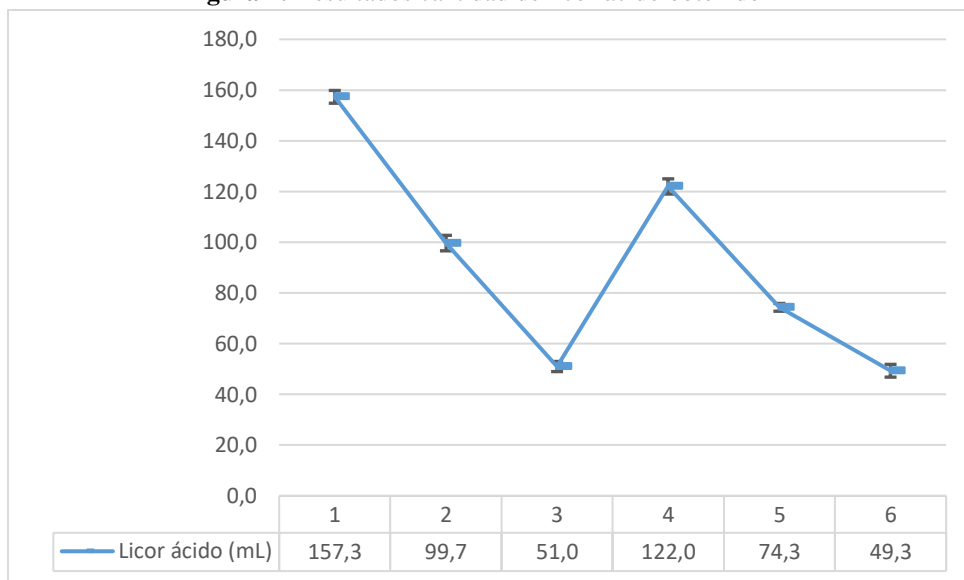
ÓXIDO	Valor (%)
Fe ₂ O ₃	63,35
TiO ₂	25,59
MgO	1,41
Otros óxidos metálicos	3,92

Fuente: Elaboración Propia

El tamizado de la arena hasta un tamaño de partícula de 106um se realizó por dos veces y se evidenció que a partir de 1500g de muestra inicial se obtuvo un promedio de 263,0g, por lo que para la lixiviación se procedió a obtener 18 muestras de 25 g cada una. Este tratamiento se realiza ya que la ilmenita se encuentra en un tamaño promedio entre 50-106 um (Flores, 2017). Una vez

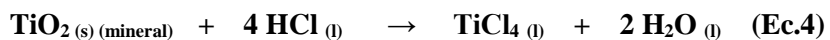
obtenidas las 18 muestras, se procedió a cumplir con la matriz de los experimentos detallados en la Tabla 2 y los resultados de la lixiviación se presentan en la Figura 1.

Figura 1: Resultados cantidad de licor ácido obtenido



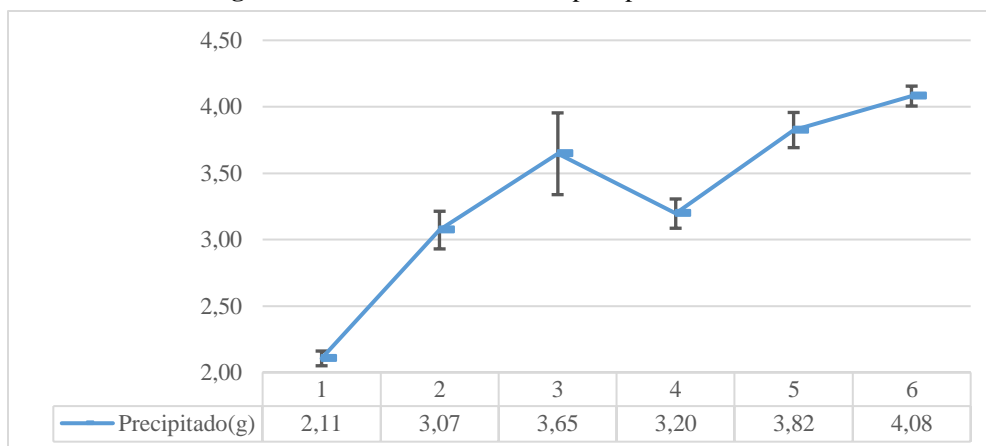
Fuente: Elaboración Propia

En el proceso de lixiviación, la reacción química más frecuente que ocurre en esta etapa con respecto al titanio se indica en la Ec.4. En esta reacción, se puede notar que se forma el producto de interés TiCl_4 . Baba et al. (2009) indica que al aumentar el tiempo de lixiviación y la temperatura, disminuye la cantidad de licor obtenido cuya tendencia es la misma que se indica en la Figura 1. Este fenómeno ocurre debido a la evaporación del ácido y el ataque más significativo a los metales de la muestra; en especial al hierro y titanio.



En el proceso de hidrólisis, la base permite precipitar al compuesto de titanio indicado en la Ec.4. Al someter los diferentes tratamientos a hidrólisis, se puede evidenciar en la Figura 2 que los experimentos en los cuales se obtuvieron una menor cantidad de licor ácido, la cantidad de precipitado aumenta, es decir que existe un mayor rendimiento en la obtención del dióxido de titanio. Esto permite corroborar que a mayor temperatura y mayor tiempo de lixiviación se obtienen mayores cantidades de producto; tendencias similares obtenidas por Hernández, 1993.

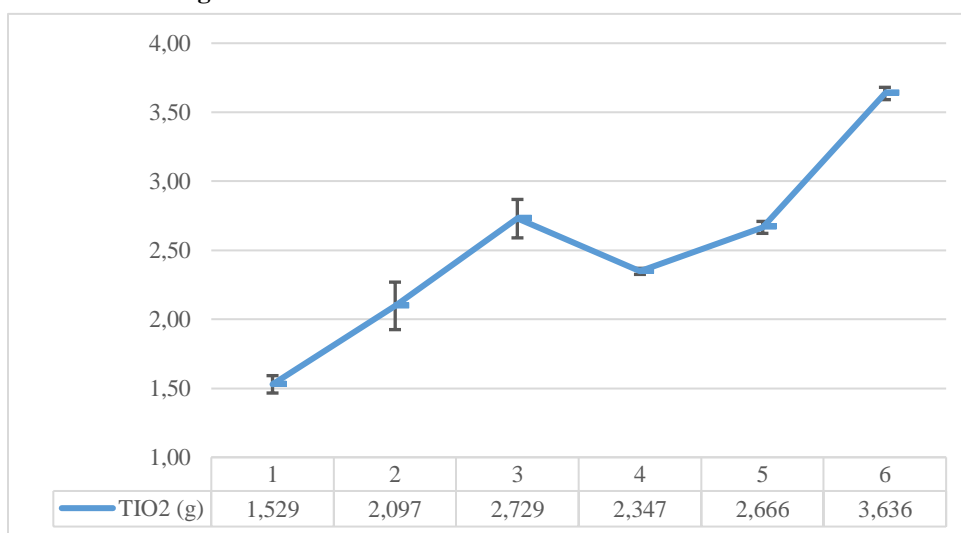
Figura 2: Resultados cantidad de precipitado obtenido



Fuente: Elaboración Propia

La etapa de calcinación permite eliminar impurezas, eliminar humedad y transformar el TIO₂ que se sospecha estar en fase anastasa a la fase rutilo siendo esta última la fase más común que se produce en el método del cloro (Hernández, 1993). Siguiendo la tendencia de la hidrólisis, se puede evidenciar que en el tratamiento a mayor temperatura y tiempo, se alcanzó una mayor cantidad de producto. Esto permite finalmente establecer que las condiciones óptimas de lixiviación con respecto al rendimiento son 6 horas y una temperatura de 100°C.

Figura 3: Resultados cantidad de dióxido de titanio obtenido



Fuente: Elaboración Propia

Otro de los aspectos importantes en la obtención del dióxido de titanio, es establecer la pureza del producto debido a que en las diferentes etapas también puede obtenerse otros óxidos metálicos si

no se trabajan con condiciones específicas para lixiviar el titanio. En la Tabla 5 se puede observar que el tratamiento 6, además de ser aquel en el cual se obtiene el mayor rendimiento, también tiene la pureza más alta de dióxido de titanio (98,42%) cumpliendo con las especificaciones que se requiere para comercializarlo.

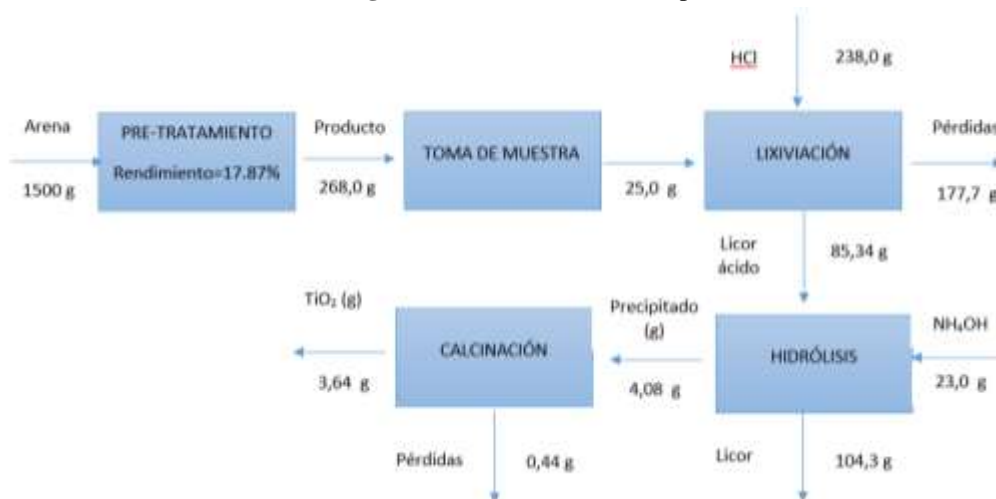
Tabla 5: Resultados pureza de TiO₂

Tratamiento	Concentración TiO ₂ (%)
1	87,53±1,962
2	88,99±1,126
3	91,15±0,223
4	90,30±0,880
5	93,01±0,320
6	98,42±0,344

Fuente: Elaboración Propia

Al obtener el mejor tratamiento para el método del cloro, se procedió a realizar un balance de masa en cada etapa y los cálculos de rendimiento especificados en la Figura 4. Se puede observar un % de rendimiento en la etapa de pre-tratamiento de 17,87%, mientras que para el proceso de lixiviación, hidrólisis y calcinación se nota un rendimiento del 14,56%. A pesar de que el rendimiento es bajo, se debe tomar en cuenta que las arenas en su mayoría poseen Fe₂O₃, el cual se debería también tomar en cuenta para el procesamiento de las arenas ya que es un material que también se puede comercializar.

Figura 4: Balance de masa del proceso



Fuente: Elaboración Propia

Conclusiones

Las arenas del sector San Lorenzo, Esmeraldas, Ecuador efectivamente son de tipo ferrotitaníferas; su identificación se pudo establecer mediante caracterización físico-químicas. La caracterización química estableció una composición de 63,35% de Fe_2O_3 , 63,35% de TiO_2 y porcentajes muy bajos de otros óxidos metálicos. La caracterización física estableció un $\text{pH}=7,30$, conductividad de 909 $\mu\text{S}/\text{cm}$, coloración negra, densidad real y aparente de 3,486 g/cm^3 y 2,742 g, respectivamente. Además se encontró un 7,67% de materia orgánica. Estos valores son comparables con aquellos encontrados en bibliografía.

La obtención de dióxido de titanio se realizó mediante la aplicación del método del cloro que consta de cuatro etapas: tamizado a 106 μm , lixiviación, hidrólisis térmica y calcinación. Las condiciones óptimas para el proceso de lixiviación fueron las siguientes: temperatura de 100°C , tiempo de 6h, agitación a 250 rpm y 200mL de HCl a una concentración del 37% v/v. La hidrólisis se llevó a cabo con 25mL de NH_4OH (30% en volumen), temperatura de 95°C , tiempo de 3h. Finalmente, la calcinación permitió obtener TiO_2 a 900°C en un tiempo de 1 hora.

El método del cloro en este estudio permitió obtener TiO_2 al 98,4% de pureza. Este valor es adecuado para poder comercializar el producto. Sin embargo, el rendimiento partiendo de 25,0g de arena tratada fue de solamente el 14,56%, indicando la necesidad de tratar el licor producto de la hidrólisis para la posible obtención de Fe_2O_3 . Además, sería importante establecer una etapa de concentración magnética y compararla con el tamizado a 106 μm , ya que el rendimiento de la primera etapa es solamente un 17,87% en el cuál se puede estar perdiendo materia prima útil.

El proceso utilizado en este estudio produce una serie de efluentes que pueden ser regenerados (exceso de ácido y vapores) y tratados (licor para la producción de Fe_2O_3). El estudio de estos productos junto con la obtención establecida de TiO_2 permitirá establecer si es rentable utilizar las arenas ferrotitaníferas para la producción de metales.

Referencias

1. Baba, A.A., Adekila, F.A., Toye, E.E. & Bale R.B. (2009). Dissolution kinetics and leaching of rutile ore in hydrochloric acid". *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*, 8(10), 787-801. <https://doi.org/10.4236/jmmce.2009.810068>

2. Begum, N., Maisyarah, A., Bari, F., Rafezi Ahmad, K., & Hidayah, N. (2012). Leaching behaviour of Langkawi black sand for the recovery of titanium. *APCBEE Procedia*. 3, 1–5. <https://doi.org/10.1016/j.apcbee.2012.06.036>
3. Filippou, D. & Hudon, G. (2009). Iron removal and recovery in the Titanium dioxide feedstock and pigment industries. *JOM*. 61, 36-42. <https://doi.org/10.1007/s11837-009-0150-3>
4. Flores Bustamante, A.I. (2015). Arenas ferrotitaníferas de la Isla de Portet, Esmeraldas, como fuente de obtención de dióxido de titanio (TiO₂) [Tesis, Universidad Técnica Particular de Loja]. <http://dspace.utpl.edu.ec/bitstream/123456789/19719/1/Flores%20Bustamante%2c%20Alexandra%20Elizabeth.pdf>
5. González, S, & Pinto, K. (2018). Incidencia de la radiación solar, rayos UV y temperatura, en el crecimiento de coliformes totales y fecales en arena de Playa Puerto Mocho en la ciudad de Barranquilla [Tesis, Universidad de la Costa, Colombia]. <http://repositorio.cuc.edu.co/handle/11323/53?locale-attribute=en>
6. Hernández García, B. (2012). Diseño de una planta de producción de 90000 toneladas/año de dióxido de titanio [Tesis, Universidad de Valladolid]. <https://uvadoc.uva.es/bitstream/10324/2947/1/PFC-P-57.pdf>
7. Hernández, P., Hurtado, A., Peñaloza, L., Romero, J. (1993). Estudio experimental para la obtención de dióxido de titanio a partir de ilmenita vía ácido clorhídrico. *Revista Colombiana de Química*, 22(4). <https://revistas.unal.edu.co/index.php/rcolquim/article/view/16166/17040>
8. Ingaramo, O.E., Paz-González, A., Mirás Avalos, J.M. & Vidal Vásquez, E. (2007). General soil properties characterization in an experimental plot with different management systems. *Cademos Lab. Xeolóxico de Laxe*, 32. 127-137. <https://core.ac.uk/download/pdf/61899162.pdf>
9. Klein, C & Hurlbut, C., (1997). *Manual de Mineralogía*, Barcelona, España: Editorial Reverté.
10. Klein, C., Dana, J.D. & Hurlbut, C.S., (2002). *Manual of Mineral Science*, Hoboken, N.J: J.Wiley.

11. Loaiza Gómez, D.L. (2017). Obtención de dióxido de titanio (TiO₂), a partir de ilmenita (FeTiO₃), presente en arenas ferrotitaníferas provenientes del sector Conguime, cantón Paquisha, provincia de Zamora Chinchipe [Tesis, Universidad Técnica Particular de Loja]. <http://dspace.utpl.edu.ec/xmlui/handle/123456789/19704>
12. Monge, R. (1965). Contribución al estudio de las arenas negras magnéticas de Costa Rica [Tesis, Universidad de Costa Rica]. <http://repositorio.sibdi.ucr.ac.cr:8080/xmlui/handle/123456789/5335>
13. Rodríguez, M. H., Rosales, G. D., Pinna, E. G., Tunez, F. M., & Toro, N. (2020). Extraction of Titanium from Low-Grade Ore with Different Leaching Agents in Autoclave. *Metals*, 10(4), 497. <https://doi.org/10.3390/met10040497>
14. Rubio, A. (2010). La densidad aparente en suelos forestales del parque natural los Alcornocales [Tesis, Universidad de Sevilla]. <https://digital.csic.es/bitstream/10261/57951/1/La%20densidad%20aparente%20en%20suelos%20forestales%20.pdf>
15. Suárez, A. (2017). Diseño de una aplicación informática para la titulación conductimétrica [Tesis, Universidad Central del Ecuador]. <http://www.dspace.uce.edu.ec/bitstream/25000/11536/1/T-UCE-0017-0032-2017.pdf>
16. Trujillo Regalado, D.A. (2015). Desarrollo de un proceso de recuperación de dióxido de titanio a partir de la ilmenita presente en las arenas ferrotitaníferas de la zona Mompiche [Tesis de Pregrado, Escuela Politécnica Nacional]. <https://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/10597/1/CD-6275.pdf>
17. Zamora, L. (2018). Caracterización geológica-minerográfica de las arenas ferro-titaníferas (Fe-Ti) y de sus fuentes de aporte en el sector de las peñas hasta playa de Molina [Tesis, Universidad de Guayaquil]. <http://repositorio.ug.edu.ec/bitstream/redug/34200/1/TESIS%20LINDA%20ZAMORA%20CASTILLO.pdf>