



UNIVERSIDAD NACIONAL PEDRO RUIZ GALLO

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA E INDUSTRIAS
ALIMENTARIAS**



ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERIA QUÍMICA

TESIS

**Influencia de la calcinación y molienda en la
fracción amorfa y tamaño de partícula de sílice
obtenido de cascarilla de arroz**

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERA
QUÍMICA**

AUTORAS

Bach. Vásquez Bustamante, Britney Lucero
Bach. Chiscol Puicon, Patricia Elizabeth

ASESOR

Dr. Pedro Pablo Ángeles Chero
0000-0003-0940-1727

Lambayeque, 2026



UNIVERSIDAD NACIONAL PEDRO RUIZ GALLO

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA E INDUSTRIAS
ALIMENTARIAS**



ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERIA QUÍMICA

TESIS

**Influencia de la calcinación y molienda en la
fracción amorfa y tamaño de partícula de sílice
obtenido de cascarilla de arroz**

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERA
QUÍMICA**

APROBADO POR EL SIGUIENTE JURADO

Dr. César Alberto García Espinoza
Presidente

Dr. César Augusto Monteza Arbulú
Secretario

Dr. Segundo Alberto Vásquez Llanos
Vocal

Dr. Pedro Pablo Ángeles Chero
Asesor



ACTA DE SUSTENTACIÓN - 2026

Siendo las 11:00 am del miércoles 22 de julio del 2026, se reunieron en la sala de sustentación de la Facultad de Ingeniería Química e Industrias Alimentarias los miembros del jurado evaluador de la Tesis Titulada: **Influencia de la calcinación y molienda en la fracción amorfa y tamaño de partícula de sílice obtenido de cascarilla de arroz**; designados con Res. N°486-2025-D-FIQIA de fecha 07 de noviembre del 2025 y aprobada con Res. N°615-2025-D-FIQIA de fecha 22 de diciembre del 2025, con la finalidad de Evaluar y Calificar la sustentación de la tesis antes mencionada, conformados por los siguientes docentes:

- **Presidente:** Dr. Cesar Alberto García Espinoza
- **Secretario:** Dr. Cesar Augusto Monteza Arbulu
- **Vocal:** Dr. Segundo Alberto Vásquez Llanos

La tesis fue asesorada por el Dr. Pedro Pablo Ángeles Chero, nombrado con Res. N°400-2025-D-FIQIA de fecha 20 de agosto del 2025. El acto de sustentación es autorizado con Res. N°245-2026-D-FIQIA de fecha 16 de julio del 2026.

La Tesis fue presentada y sustentada por las Bachilleres: **VÁSQUEZ BUSTAMANTE BRITNEY LUCERO y CHISCOL PUICON PATRICIA ELIZABETH**; de la Escuela Profesional de Ingeniería Química y tuvo una duración de ⁷⁵..... minutos.

Después de la sustentación, y absueltas las preguntas y observaciones de los miembros del jurado; se procedió a la calificación respectiva, otorgándole el calificativo de ^{1.8}..... (^{DIÉCIOCHO}.....) en la escala vigesimal, mención ^{MUY BIEN}.....

Por lo que queda APTA (s) para obtener el Título Profesional de **INGENIERA QUIMICA** de acuerdo con la Ley Universitaria 30220 y la normatividad vigente de la Facultad de Ingeniería Química e Industrias Alimentarias y la Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo.

Siendo las ^{12:15} se dio por concluido el presente acto académico, dándose conformidad al presente acto, con la firma de los miembros del jurado.

Presidente

Dr. CESAR ALBERTO GARCIA ESPINOZA

Vocal

Dr. SEGUNDO ALBERTO VASQUEZ LLANOS

Secretario

Dr. CESAR AUGUSTO MONTEZA ARBULU

Asesor

Dr. PEDRO PABLO ANGELES CHERO

CONSTANCIA DE VERIFICACION DE ORIGINALIDAD

Yo **PEDRO PABLO ANGELES CHERO** usuario revisor de Tesis ☒ Trabajo de suficiencia profesional Trabajo de Suficiencia Profesional ☐

y/o Trabajo Académico ☐ Titulado: **Influencia de la calcinación y molienda en la fracción amorfa y tamaño de partícula de sílice obtenido de cascarilla de arroz**. Cuyo autor es: **BRITNEY LUCERO VÁSQUEZ BUSTAMANTE; con DNI N°:72918536 y PATRICIA ELIZABETH CHISCOL PUICON; con DNI N°**

75989010; declaro que la evaluación realizada por el Programa informático ha arrojado un porcentaje de similitud 13%, verificables en el Resumen del Reporte automatizado de similitudes que se acompaña.

El suscrito analizó reporte y concluyó que cada una de las coincidencias detectadas dentro del porcentaje de similitud permitido no constituyen plagio y que el documento cumple con la integridad científica y con las normas para el uso de citas y referencias establecidas en los protocolos respectivos,

Se cumple con adjuntar el Recibo Digital a efectos de la trazabilidad respectiva del proceso.

Lambayeque, 07 de julio del 2026



.....
PEDRO PABLO ÁNGELES CHERO.

16644934

Se Adjunta:

Resumen de Reporte automatizado de similitudes Recibo digital

Influencia de la Calcinación y Molienda en la Fracción Amorfa y Tamaño de Partícula de sílice ob Cascarilla de Arroz

INFORME DE ORIGINALIDAD

13%

INDICE DE SIMILITUD

12%

FUENTES DE INTERNET

5%

PUBLICACIONES

4%

TRABAJOS DEL ESTUD

FUENTES PRIMARIAS

1 www.coursehero.com
Fuente de Internet

2 repositorio.unal.edu.co
Fuente de Internet

3 repositorio.autonoma.edu.co
Fuente de Internet

4 repositorio.uncp.edu.pe
Fuente de Internet

5 patents.google.com
Fuente de Internet

6 hdl.handle.net
Fuente de Internet

7 documents.mx
Fuente de Internet

8 zagan.unizar.es
Fuente de Internet

9 huru.unsj.edu.ar
Fuente de Internet

10 pozosatierra.blogspot.com
Fuente de Internet

11 www.scielo.org.mx
Fuente de Internet

12 repositorio.unsaac.edu.pe
Fuente de Internet

13 www.campustudionline.com
Fuente de Internet

14 repositorio.undac.edu.pe
Fuente de Internet

cio.mx



PEDRO PABLO ÁNGELES CHERO

16644934

ASESOR

15

Fuente de Internet

16

1library.co

Fuente de Internet

17

addi.ehu.es

Fuente de Internet

18

api-repositorio.unapiquitos.edu.pe

Fuente de Internet

19

w3.esfm.ipn.mx

Fuente de Internet

20

JADER RODRIGUEZ CORTINA. "CONTRIBUCION AL ESTUDIO DE LA INTENSIFICACION DE PROCESO DE SECADO DE TOMILLO (Thymus Vulgaris L.): APLICACIÓN DE ULTRASONID DE POTENCIA Y SECADO INTERMITENTE", 'Universitat Politecnica de Valencia', 2015

Fuente de Internet

21

repositorio.unprg.edu.pe

Fuente de Internet

22

superficiesyvacio.smctsm.org.mx

Fuente de Internet

23

www.idexlab.com

Fuente de Internet

24

www.institutosuperiordeneurociencias.org

Fuente de Internet

25

www.researchgate.net

Fuente de Internet

26

Submitted to Universidad San Francisco de Quito

Trabajo del estudiante

27

Submitted to Universidad Andina del Cusco

Trabajo del estudiante

28

reaxion.utleon.edu.mx

Fuente de Internet

29

repositorio.uwiener.edu.pe

Fuente de Internet

30

worldwidescience.org

Fuente de Internet

31

Submitted to Universidad Nacional Abierta y a Distancia, UNAD, UNAD

Trabajo del estudiante



PEDRO PABLO ÁNGELES CHERO

16644934

ASESOR

32 revistaingenieria.univalle.edu.co
Fuente de Internet

33 María Gabriela Albán, Clara Elena Villacrés Poveda, Diego Geovanny Rodriguez Ortega, Galo Mario Caviedes et al. "Memorias de la 17.a Conferencia Internacional del Lupino / Proceedings of the 17th International Lupine Conference", Archivos Académicos USFQ, 2026

Publicación

34 Submitted to Universidad de Los Llanos, UNILLANOS
Trabajo del estudiante

35 rest-dspace.ucuenca.edu.ec
Fuente de Internet

36 webidu.idu.gov.co
Fuente de Internet

37 Roberto Martín González. "Funcionalización de nanomateriales de carbono: Propiedad optoelectrónicas de nanotubos de carbono y aplicaciones de nanopartículas de diama en catálisis y biocatálisis", Universitat Politecnica de Valencia, 2011

Publicación

38 Submitted to Universidad TecMilenio
Trabajo del estudiante

39 Submitted to cinvestav
Trabajo del estudiante

40 repositorio.ujcm.edu.pe
Fuente de Internet

41 Submitted to Universidad Francisco de Vitoria
Trabajo del estudiante

42 Submitted to Universidad Nacional de Cajamarca
Trabajo del estudiante

43 link.springer.com
Fuente de Internet

44 tesisdigitales.umich.mx
Fuente de Internet

45 www.repositorio.usac.edu.gt
Fuente de Internet

46 www.liada.net
Fuente de Internet



PEDRO PABLO ÁNGELES CHERO

16644934

ASESOR

47 R Robayo, P Matthey, S Delvasto. "Comportamiento mecánico de un concreto fluido adicionado con ceniza de cascarilla de arroz (CCA) y reforzado con fibras de acero", Revista de la construcción, 2013
Publicación

48 mafiadoc.com
Fuente de Internet

49 Submitted to Mondragon Unibertsitatea
Trabajo del estudiante

50 docta.ucm.es
Fuente de Internet

51 es.scribd.com
Fuente de Internet

52 helvia.uco.es
Fuente de Internet

53 produccioncientificaluz.org
Fuente de Internet

54 www.icms.us-csic.es
Fuente de Internet

55 www.scielo.br
Fuente de Internet

56 Submitted to Consorcio CIXUG
Trabajo del estudiante

57 doaj.org
Fuente de Internet

58 repositorio.uam.es
Fuente de Internet

59 repositorio.upt.edu.pe
Fuente de Internet

60 repositorioinstitucional.uabc.mx
Fuente de Internet

61 www.eucalyptus.com.br
Fuente de Internet

62 Submitted to Institución Universitaria Conservatorio del Tolima
Trabajo del estudiante



PEDRO PABLO ÁNGELES CHERO

16644934

ASESOR

- 63 Manuel Melero Gutierrez. "Materiales Híbridos Multifuncionales Basados en Nano-unidades Estructurales Activas", Universitat Politecnica de Valencia, 2025
Publicación
-
- 64 repositorio.unasam.edu.pe
Fuente de Internet
-
- 65 Submitted to Universidad Pedagogica y Tecnologica de Colombia
Trabajo del estudiante
-
- 66 Submitted to Universitat Politècnica de València
Trabajo del estudiante
-
- 67 apirepositorio.unu.edu.pe
Fuente de Internet
-
- 68 ddd.uab.cat
Fuente de Internet
-
- 69 public-pages-files-2025.frontiersin.org
Fuente de Internet
-
- 70 repositorio.unjbg.edu.pe
Fuente de Internet
-
- 71 repositorio.uteq.edu.ec
Fuente de Internet
-
- 72 www.bdigital.unal.edu.co
Fuente de Internet
-
- 73 opticanaranja.com.ar
Fuente de Internet
-
- 74 prezi.com
Fuente de Internet
-
- 75 repositorio.ucv.edu.pe
Fuente de Internet
-
- 76 siconbiol.com.br
Fuente de Internet
-
- 77 Submitted to Escuela Agrícola Panamericana
Trabajo del estudiante
-
- 78 Submitted to Facultad de Psicología
Trabajo del estudiante
-
- 79 hal.archives-ouvertes.fr
Fuente de Internet
-


PEDRO PABLO ÁNGELES CHERO
16644934
ASESOR

80 repositorio.urp.edu.pe
Fuente de Internet

81 repositorio.uss.edu.pe
Fuente de Internet

82 revistaaristas.tij.uabc.mx
Fuente de Internet

83 revistas.uned.ac.cr
Fuente de Internet

84 bibdigital.epn.edu.ec
Fuente de Internet

85 doczz.net
Fuente de Internet

86 es.mathworks.com
Fuente de Internet

87 inorganicafar2014.blogspot.com
Fuente de Internet

88 repository.javeriana.edu.co
Fuente de Internet

89 rodin.uca.es
Fuente de Internet

90 sedici.unlp.edu.ar
Fuente de Internet

91 ciencia.lasalle.edu.co
Fuente de Internet

92 digital.csic.es
Fuente de Internet

93 repositorio.unheval.edu.pe
Fuente de Internet

94 repositorio.upn.edu.pe
Fuente de Internet

95 www.chiletech.cl
Fuente de Internet

96 www.codexalimentarius.net
Fuente de Internet

www.dspace.espol.edu.ec


PEDRO PABLO ÁNGELES CHERO
16644934
ASESOR

97

Fuente de Internet

98

www.jstage.jst.go.jp

Fuente de Internet

99

Daina Ragauskien, Gediminas Niaura, Eimutis Matulionis, Ričardas Makuška. "Long-Ter and Accelerated Ageing of an Acrylic Adhesive Used as a Support for Museum Textiles" *Studies in Conservation*, 2013

Publicación

100

Eva María Barea Berzosa. "Ácidos silícicos como catalizadores y fuente de silicio/metal para zeolitas", Universitat Politecnica de Valencia, 2005

Publicación

101

Luis López-González, Xavier Oriol. "The relationship between emotional competence, classroom climate and school achievement in high school students / La relación entre competencia emocional, clima de aula y rendimiento académico en estudiantes de secundaria", *Cultura y Educación*, 2016

Publicación

102

Pedro José Navarro Gázquez. "Desarrollo de nuevos electrodos basados en nanoestructuras híbridas de óxidos metálicos semiconductores para aplicaciones energéticas y medioambientales.", Universitat Politecnica de Valencia, 2023

Publicación

103

Raquel Marco Molés. "IMPACTO DE NUEVAS TECNOLOGÍAS DE CONSERVACIÓN SOBRE ESTRUCTURA Y LOS PRINCIPALES COMPONENTES QUÍMICOS DE ALIMENTOS FLUIDOS" Universitat Politecnica de Valencia, 2012

Publicación

104

Rivera Gavidia, Luis Miguel. "Catalizadores Catodicos Altamente Eficientes Para Pilas de Combustible de Electrolito Polimerico", Universidad de La Laguna (Canary Islands, Spai 2022

Publicación

105

Villaquirán-Cacedo Mónica Alejandra, Rodríguez Erich David, Mejía-De Gutiérrez Ruby. "Evaluación microestructural de geopolímeros basados en metacaolín y fuentes alternativas de sílice expuestos a temperaturas altas", *Ingeniería, Investigación y Tecnología*, 2015

Publicación

106

cgspace.cgiar.org

Fuente de Internet

107

clubresponsablesdecalidad.com

Fuente de Internet

108

cnf.smf.mx

Fuente de Internet



PEDRO PABLO ÁNGELES CHERO

16644934

ASESOR

109

dspace.univ-bba.dz

Fuente de Internet

110

issuu.com

Fuente de Internet

111

oa.upm.es

Fuente de Internet

112

repositorio.ucsg.edu.ec

Fuente de Internet

113

repositorio.unajma.edu.pe

Fuente de Internet

114

repositorio.uns.edu.pe

Fuente de Internet

115

repositorio.utc.edu.ec

Fuente de Internet

116

repositorioinstitucional.buap.mx

Fuente de Internet

117

repositorioslatinoamericanos.uchile.cl

Fuente de Internet

118

Christian Cerezo Navarrete. "Aplicación catalítica de nuevos nanosistemas obtenidos a partir de la aproximación organometálica", Universitat Politècnica de Valencia, 2023

Publicación

119

Jesús Antonio Zurita-Mápula, Sergio Alberto Bernal-Chávez. "Green synthesis strategies for obtaining inorganic nanoparticles useful in biomedical applications", TIP Revista Especializada en Ciencias Químico-Biológicas, 2024

Publicación

120

Josue Ayuso-Carrillo. "Synthesis and characterisation of organic-inorganic hybrid polymers: Polystyrene-SiO₂ & Polystyrene-TiO₂", Thesis Commons, 2018

Publicación

121

Patricia Batista Grau. "Desarrollo de nanoestructuras de ZnO mediante anodizado electroquímico en diferentes condiciones para su aplicación en el área energética", Universitat Politècnica de Valencia, 2021

Publicación

122

R. C. Reis, A. M. Ramos, A. J. Regazzi, V. P. R. Minim, P. C. Stringueta. "ALMACENAMIENTO DE MANGO SECADO: ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO, MICROBIOLÓGICO, COLOR Y SENSORIAL STORAGE OF DRIED MANGO: PHYSICO-CHEMICAL, MICROBIOLOGICAL, COLOR AND SENSORY ANALYSIS", Ciencia y Tecnología Alimentaria, 2006

Publicación



PEDRO PABLO ÁNGELES CHERO

16644934

ASESOR

123 Rizo Parraga, Ruben Javier. "Catalizadores de Pt-Sn Para la Reaccion de Oxidacion de Etanol", Universidad de La Laguna (Canary Islands, Spain), 2022

Publicación

124 archive.org
Fuente de Internet

125 bdigital.uncu.edu.ar
Fuente de Internet

126 cia.uagraria.edu.ec
Fuente de Internet

127 dgsa.uaeh.edu.mx:8080
Fuente de Internet

128 e-archivo.uc3m.es
Fuente de Internet

129 eciperu.net
Fuente de Internet

130 eprints.uanl.mx
Fuente de Internet

131 files01.core.ac.uk
Fuente de Internet

132 foristom.org
Fuente de Internet

133 repositorio.caen.edu.pe
Fuente de Internet

134 repositorio.ucsm.edu.pe
Fuente de Internet

135 repositorio.unican.es
Fuente de Internet

136 repositorioacademico.upc.edu.pe
Fuente de Internet

137 revistatediq.azc.uam.mx
Fuente de Internet

138 ri.uaemex.mx
Fuente de Internet

139 riunet.upv.es
Fuente de Internet



PEDRO PABLO ÁNGELES CHERO

16644934

ASESOR

140 www.blogfiisuni.com
Fuente de Internet

141 www.revfitotecnia.mx
Fuente de Internet

142 www.slideshare.net
Fuente de Internet

143 B. Stojanovic, G. Grubic, N. Djordjevic, D. Glamocic, A. Bozickovic, A. Ivetic. "Effects of different levels of physically effective fibers in diets for cows in early lactation", Spanish Journal of Agricultural Research, 2012
Publicación

144 Sarango Ramirez, Marvin Kevin. "Estudio cronologico de la composicion quimica de monedas de sol de plata acunadas entre 1863 y 1917 por medio de fluorescencia de ra X portatil.", Pontificia Universidad Catolica del Peru – CENTRUM Catolica (Peru), 2020
Publicación

145 YASNA PAMELA SEGURA SIERPE. "Reutilización de residuos de construcción en la fabricación de conglomerantes de activación alcalina.", Universitat Politecnica de Valen 2016
Publicación

146 Gil de Cos, Gerardo. "Relación Estructura–Propiedades en Compuestos Polianiónicos y Gran Polimorfismo del Tipo RE₂(MO₄)₃[RE = Y, La – Lu y M = Mo, W]", Universidad de La Laguna (Canary Islands, Spain)
Publicación

147 María del Rocío Díaz Rey. "Optimización de procesos de revalorización de olefinas liger mediante el empleo de catalizadores basados en zeolitas nanocristalinas", Universitat Politecnica de Valencia, 2023
Publicación

Excluir citas
Excluir bibliografía

Activo
Activo

Excluir coincidencias

Apagado


PEDRO PABLO ÁNGELES CHERO

16644934

ASESOR



Recibo digital

Este recibo confirma que su trabajo ha sido recibido por Turnitin. A continuación podrá ver la información del recibo con respecto a su entrega.

La primera página de tus entregas se muestra abajo.

Autor de la entrega: Britney Vasquez
Título del ejercicio: Quick Submit
Título de la entrega: Influencia de la Calcinación y Molienda en la Fracción Amorfa ...
Nombre del archivo: PROYECTO_FINAL_TESIS_PREGRADO_BRITNEY_Y_PATRICIA_4.d...
Tamaño del archivo: 36.75M
Total páginas: 107
Total de palabras: 22,618
Total de caracteres: 124,935
Fecha de entrega: 03-jul-2026 12:48p. m. (UTC-0500)
Identificador de la entrega: 2993048355




Dr. Pedro Pablo Ángeles Chero
16644934

DEDICATORIA

A mi padre, Alberto Chiscol, por ser el pilar fundamental de mi vida y apoyarme siempre sin dudar de mí. A mi madre, Ysabel Puicon, por alentarme siempre a seguir adelante con amor y fortaleza. A mi hermano, Jesús, por su alegría y apoyo constante. A mis mascotas, que, aunque ya no están, fueron parte importante de mi apoyo emocional; y a One Piece, por acompañarme en cada amanecida de esfuerzo mientras perseguía este sueño.

Patricia Chiscol

A Dios, por concederme fortaleza y perseverancia para continuar en cada etapa de este camino, y por sostenerme en aquellos momentos en los que las dificultades pusieron a prueba mi determinación. A mi hermana menor, Kia, con la esperanza de ser para ella un ejemplo de esfuerzo, perseverancia y superación. A mi madre, Reyna, y a mi padre, por formar parte de mi vida y por las enseñanzas que han contribuido a forjar la persona que hoy soy. Y a mí misma, por haber encontrado la fortaleza necesaria para seguir adelante, superar cada adversidad y alcanzar esta meta, que representa no solo la culminación de una etapa académica, sino también el resultado de un camino de crecimiento, esfuerzo y perseverancia.

Britney Vásquez

AGRADECIMIENTO

En primer lugar, agradezco a Dios, quien ha estado presente en cada etapa de mi vida, por acompañarme y sostenerme siempre. Durante el desarrollo de esta investigación, su fortaleza, sabiduría y guía fueron especialmente importantes para afrontar cada desafío y perseverar hasta alcanzar esta meta. Expreso mi sincero agradecimiento también a mi asesor de tesis, **Pedro Pablo Ángeles Chero** por su contante apoyo y a los miembros del jurado por su orientación y valiosas recomendaciones. A la Ing. Tania Liza, por su apoyo técnico y consejos durante el desarrollo experimental, y a las instituciones que brindaron las facilidades para el uso de laboratorios y equipos. Con especial aprecio, a mi compañera de tesis, por su esfuerzo y constancia; este logro también es suyo. Asimismo, a mis amigos de la universidad por su compañía y apoyo.

Patricia Chiscol

Expreso mi sincero agradecimiento a mi asesor de tesis, **Pedro Pablo Ángeles Chero** por su orientación académica, apoyo y paciencia, fundamentales para el desarrollo y culminación de la presente investigación. Agradezco igualmente a los miembros del jurado de tesis por sus valiosas observaciones y recomendaciones, que contribuyeron a mejorar la calidad del trabajo.

De manera especial, agradecemos al doctor **Héctor Raúl Loro Ramírez** por las facilidades brindadas para el uso del Laboratorio de Física de la **Universidad Nacional de Ingeniería (UNI)**, donde se realizó la caracterización de la CCA. Asimismo, agradecemos a la **Ing. Olenka** por permitir el uso del Laboratorio de Química de la **Facultad de Ingeniería Agroindustrial**, donde se llevó a cabo la preparación de la ceniza, haciendo posible el desarrollo experimental de la presente tesis.

Britney Vásquez

ÍNDICE GENERAL

1.	INTRODUCCIÓN	12
2.	DISEÑO TEÓRICO.....	14
2.1	Antecedentes	14
2.2	Base teórica	19
3.	DISEÑO METODOLÓGICO.....	34
3.1	Diseño de contrastación de hipótesis.....	34
3.2	Tipo y nivel de investigación	34
3.3	Población y muestra	35
3.4	Técnicas, instrumentos, equipos y materiales	35
4.	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	37
4.1	Preparación de Muestra.....	37
4.2	Pretratamiento de Muestra	37
4.3	Reflujo con ácido en la muestra	37
4.4	Lavado y Secado de Muestra	38
4.5	Determinación de Humedad.....	38
4.6	Calcinación controlada.....	39
4.7	Tamizado	40
4.8	Molienda de Ceniza de Cascarilla de Arroz.....	40
4.9	Caracterización con DRX.....	41
4.10	Microscopía Electrónica De Barrido (SEM) y TEM.....	41
5.	RESULTADOS.....	42
5.1	Determinación de humedad de la cascarilla de arroz.....	42
5.2	Rendimiento de ceniza por temperatura de calcinación.....	42
5.3	Caracterización estructural por Difracción de Rayos X (DRX).....	43
5.4	Caracterización morfológica por SEM y TEM	51
5.5	Proporción de sílice en fase amorfa (%)	72

5.6 Tamaño de partícula del SiO ₂ (nm).....	76
5.7 Análisis estadístico ANOVA de dos factores	79
5.8 Contrastación de hipótesis	85
5.9 Caracterización de la ceniza de cascarilla molida.....	86
6. DISCUSIÓN	88
7. CONCLUSIONES	92
8. RECOMENDACIONES.....	94
9. REFERENCIAS.....	95
10. ANEXOS	99

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1: <i>Cuadro sinóptico</i>	223
Tabla 2: <i>Operacionalización de variables</i>	33
Tabla 3: <i>Diseño factorial 3² para la obtención de SiO₂ a partir de cascarilla de arroz</i>	334
Tabla 4: <i>Determinación de humedad de la cascarilla de arroz mediante método gravimétrico y equipo analizador KERN DAB (ensayo por duplicado)</i>	42
Tabla 5: <i>Rendimiento de ceniza de cascarilla de arroz por temperatura de calcinación</i>	43
Tabla 6: <i>Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento A (600 °C, 500 RPM). Promedio de Tamaños</i>	54
Tabla 7: <i>Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento D (600 °C, 600 RPM). Promedio de Tamaños</i>	56
Tabla 8: <i>Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento G (600 °C, 700 RPM). Promedio de Tamaños</i>	59
Tabla 9: <i>Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento B (650 °C, 500 RPM). Promedio de Tamaños</i>	61
Tabla 10: <i>Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento E (650 °C, 600 RPM). Promedio de Tamaños</i>	63
Tabla 11: <i>Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento H (650 °C, 700 RPM). Promedio de Tamaños</i>	65
Tabla 12: <i>Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento C (700 °C, 500 RPM). Promedio de Tamaños</i>	667
Tabla 13: <i>Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento F (700 °C, 600 RPM). Promedio de Tamaños</i>	69
Tabla 14: <i>Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento I (700 °C, 700 RPM). Promedio de Tamaños</i>	71
Tabla 15: <i>Proporción de sílice en fase amorfa (%) en función de la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) y la velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM).</i>	72

Tabla 16: <i>Tamaño de partícula del SiO₂ (nm) en función de la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) y la velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM).</i>	76
Tabla 17: <i>Tamaño de partícula promedio del SiO₂ (nm) en función de la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) y la velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM).</i>	77
Tabla 18: <i>Análisis de varianza (ANOVA) factorial 3² de la influencia de la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda sobre la proporción de sílice en fase amorfa (%).</i> ...	81
Tabla 19: <i>Prueba post-hoc de Tukey para la fracción amorfa (%) según velocidad de molienda en cada nivel de temperatura.</i>	82
Tabla 20: <i>Análisis de varianza (ANOVA) factorial 3² de la influencia de la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda sobre el tamaño de partícula del SiO₂ (nm).</i>	83
Tabla 21: <i>Prueba post-hoc de Tukey para el tamaño de partícula (nm) según velocidad de molienda en cada nivel de temperatura.</i>	84
Tabla 22: <i>Resumen de la contrastación de hipótesis a partir del ANOVA factorial 3²</i>	85

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: <i>Cáscara y ceniza de cáscara de arroz</i>	20
Figura 2: <i>Estructura de la sílice cristalina y amorfa</i>	21
Figura 3: <i>Molino de bolas planetario</i>	22
Figura 4: <i>Vista esquemática del movimiento de las bolas y polvo</i>	23
Figura 5: <i>Representación de la ley de Bragg</i>	27
Figura 6: <i>Difractograma de diferentes fases del SiO_2</i>	29
Figura 7: <i>Difractogramas de rayos X correspondientes a una misma muestra sometida a tratamiento térmico</i>	30
Figura 8: <i>Tratamiento A: 600 °C a 500 RPM</i>	45
Figura 9: <i>Tratamiento D: 600 °C a 600 RPM</i>	46
Figura 10: <i>Tratamiento G: 600 °C a 700 RPM</i>	46
Figura 11: <i>Tratamiento B: 650 °C a 500 RPM</i>	47
Figura 12: <i>Tratamiento E: 650 °C a 600 RPM</i>	48
Figura 13: <i>Tratamiento H: 650 °C a 700 RPM</i>	48
Figura 14: <i>Tratamiento C: 700 °C a 500 RPM</i>	49
Figura 15: <i>Tratamiento F: 700 °C a 600 RPM</i>	50
Figura 16: <i>Tratamiento I: 700 °C a 700 RPM</i>	50
Figura 17: <i>Tratamiento A: Ceniza tratada a 600°C y 500 RPM</i>	52
Figura 18: <i>Tratamiento D: Ceniza tratada a 600°C y 600 RPM</i>	55
Figura 19: <i>Tratamiento G: Ceniza tratada a 600°C y 700 RPM</i>	57
Figura 20: <i>Tratamiento B: Ceniza tratada a 650°C y 500 RPM</i>	60
Figura 21: <i>Tratamiento E: Ceniza tratada a 650°C y 600 RPM</i>	62
Figura 22: <i>Tratamiento H: Ceniza tratada a 650°C y 700 RPM</i>	64
Figura 23: <i>Tratamiento C: Ceniza tratada a 700°C y 500 RPM</i>	66

Figura 24: <i>Tratamiento F: Ceniza tratada a 700°C y 600 RPM</i>	68
Figura 25: <i>Tratamiento I: Ceniza tratada a 700°C y 700 RPM</i>	70
Figura 26: <i>Efecto de la temperatura de calcinación sobre la proporción de sílice en fase amorfa (%) a diferentes velocidades de molienda</i>	74
Figura 27: <i>Efecto de la velocidad de molienda sobre la proporción de sílice en fase amorfa (%) a diferentes temperaturas de calcinación</i>	75
Figura 28: <i>Dimensión promedio de partícula del SiO₂ (nm) en función de la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) y la velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM)</i>	78
Figura 29: <i>Toma de muestra en Molino Don Julio</i>	99
Figura 30: <i>Preparación de Muestra</i>	99
Figura 31: <i>Armado del sistema de Reflujo</i>	100
Figura 32: <i>Acondicionamiento para Proceso de Reflujo</i>	100
Figura 33: <i>Neutralización de Muestra</i>	101
Figura 34: <i>Proceso de Determinación de Humedad</i>	101
Figura 35: <i>Calcinación de las muestras de cascarilla de arroz</i>	102
Figura 36: <i>Tarado de crisoles</i>	103
Figura 37: <i>Frascos de vidrio previamente esterilizados en horno, secados y enfriados a temperatura ambiente</i>	103
Figura 38: <i>Muestras en el desecador</i>	104
Figura 39: <i>Tamizado de muestras</i>	104
Figura 40: <i>Muestras con desecador</i>	105
Figura 41: <i>Caracterización de DRX</i>	106
Figura 42: <i>Equipo SEM</i>	107

RESUMEN

La cascarilla de arroz es un residuo agroindustrial abundante en el Perú, cuya disposición inadecuada genera un impacto ambiental significativo. Tras combustión controlada, su ceniza contiene entre 80 % y 95 % de dióxido de silicio (SiO_2), el cual, en su fase amorfa, presenta alta reactividad y versatilidad para aplicaciones industriales como materiales puzolánicos, soportes catalíticos y formulaciones cementicias de alto desempeño. La temperatura de calcinación y la molienda mecánica son variables determinantes en la preservación de la fracción amorfa y la reducción del tamaño de partícula. El presente estudio tuvo como objetivo determinar la influencia de la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda en la fracción amorfa y el tamaño de partícula del SiO_2 obtenido a partir de cascarilla de arroz. Para ello, se aplicó un diseño experimental factorial 3^2 con tres repeticiones por tratamiento (27 unidades experimentales), evaluando la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) y la velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM). La cascarilla, proveniente de Molino Don Julio S.A.C. (Lambayeque, Perú), fue sometida a pretratamiento ácido con HCl 0,1 M, lavado, secado, calcinación controlada, tamizado y molienda en un molino de bolas de sistema planetario. La caracterización del material se realizó mediante Difracción de Rayos X (DRX) con refinamiento Rietveld, Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM). El análisis estadístico se efectuó mediante ANOVA de dos factores y prueba post-hoc de Tukey. Los resultados evidenciaron que la fracción amorfa varió entre 99,97 % y 93,00 %, disminuyendo progresivamente al incrementar la temperatura por cristalización incipiente. El tamaño de partícula se redujo de 73,15 nm (600 °C, 500 RPM) a 21,56 nm (600 °C, 700 RPM), confirmando que la energía mecánica de la molienda constituye el principal mecanismo de conminución. Los difractogramas mostraron un halo amorfo centrado en $2\theta \approx 20\text{--}22^\circ$, y las micrografías TEM revelaron nanopartículas cuasi-esféricas con tendencia a la aglomeración. El ANOVA evidenció que ambos factores y su interacción ejercen un efecto estadísticamente significativo ($p < 0,001$) sobre las variables de respuesta. Se concluye que es posible obtener nanosílice amorfa de alta pureza a partir de cascarilla de arroz mediante el control conjunto de la calcinación y la molienda. Se identificaron dos condiciones óptimas según el objetivo del proceso: 600 °C y 500 RPM para maximizar la fracción amorfa ($\approx 99,95$ %) y 600 °C y 700 RPM para minimizar el tamaño de partícula ($\approx 21,56$ nm) preservando una alta fracción amorfa ($\approx 96,03$ %).

Palabras clave: Cascarilla de Arroz, Sílice amorfa, Dióxido de silicio, Calcinación, Molienda mecánica, Fracción amorfa, Tamaño de partícula, Difracción de rayos X, Nanopartículas

ABSTRACT

Rice husk is an abundant agro-industrial residue in Peru whose improper disposal generates a significant environmental impact. After controlled combustion, its ash contains between 80 % and 95 % of silicon dioxide (SiO_2), which, in its amorphous phase, exhibits high reactivity and versatility for industrial applications such as pozzolanic materials, catalytic supports, and high-performance cementitious formulations. Calcination temperature and mechanical milling are key variables for preserving the amorphous fraction and reducing particle size. The aim of this study was to determine the influence of calcination temperature and milling speed on the amorphous fraction and particle size of SiO_2 obtained from rice husk. A 3^2 factorial experimental design with three replicates per treatment (27 experimental units) was applied, evaluating calcination temperature (600, 650, and 700 °C) and milling speed (500, 600, and 700 RPM). The rice husk, supplied by Molino Don Julio S.A.C. (Lambayeque, Peru), underwent acid pretreatment with 0.1 M HCl, washing, drying, controlled calcination, sieving, and milling in a planetary ball mill. The material was characterized by X-Ray Diffraction (XRD) with Rietveld refinement, Scanning Electron Microscopy (SEM), and Transmission Electron Microscopy (TEM). Statistical analysis was performed using two-way ANOVA and Tukey's post-hoc test. The amorphous fraction ranged between 99.97 % and 93.00 %, decreasing progressively with increasing temperature due to incipient crystallization. Particle size decreased from 73.15 nm (600 °C, 500 RPM) to 21.56 nm (600 °C, 700 RPM), confirming that mechanical milling energy constitutes the primary comminution mechanism. The diffractograms displayed an amorphous halo centered at $2\theta \approx 20\text{--}22^\circ$, and TEM micrographs revealed quasi-spherical nanoparticles with a tendency toward agglomeration. ANOVA showed that both factors and their interaction had a statistically significant effect ($p < 0.001$) on the response variables. It is concluded that it is possible to obtain high-purity amorphous nanosilica from rice husk through the joint control of calcination and milling. Two optimal conditions were identified depending on the process objective: 600 °C and 500 RPM to maximize the amorphous fraction ($\approx 99.95\%$), and 600 °C and 700 RPM to minimize particle size ($\approx 21.56\text{ nm}$) while preserving a high amorphous fraction ($\approx 96.03\%$).

Keywords: Rice husk, Amorphous silica, Silicon dioxide, Calcination, Mechanical milling, Amorphous fraction, Particle size, X-ray diffraction, Nanoparticles.

1. INTRODUCCIÓN

La valorización de residuos agroindustriales mediante procesos tecnológicos ha adquirido relevancia en la síntesis de materiales funcionales, como el dióxido de silicio (SiO_2). La sílice puede presentarse en forma cristalina o amorfa, siendo esta última más reactiva y versátil en diversas aplicaciones industriales, lo que evidencia su potencial como material de valor agregado en distintos sectores (Guo et al., 2024). La cascarilla de arroz constituye una fuente abundante y renovable de sílice; tras combustión controlada, cerca del 20 % de su masa se transforma en ceniza con contenidos de 80 % a 95 % de SiO_2 , dependiendo de las condiciones térmicas (Adam et al., 2025).

La estructura de la sílice depende principalmente de la temperatura de calcinación, la cual regula la eliminación de materia orgánica y la formación de la fracción amorfa. Condiciones térmicas inadecuadas pueden inducir cristalización parcial, disminuyendo la reactividad del material (Ajeel et al., 2020). De forma complementaria, la molienda mecánica reduce el tamaño de partícula, mejora la homogeneidad e incrementa el área superficial específica, parámetros determinantes en su desempeño.

En el contexto peruano, la disposición inadecuada de la cascarilla de arroz representa un problema ambiental relevante, lo que refuerza la necesidad de su valorización mediante procesos sostenibles. En este marco, la presente investigación evalúa la obtención de sílice amorfa (SiO_2) a partir de cascarilla de arroz generada en una planta molinera de Lambayeque, Perú, analizando la influencia de la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda en la fracción amorfa y el tamaño de partícula del material obtenido. Este enfoque se enmarca en los principios de la economía circular, al promover el aprovechamiento de subproductos agroindustriales y la reducción del impacto ambiental.

A partir de lo expuesto, se planteó la siguiente pregunta de investigación: ¿Cómo influyen la temperatura de calcinación y la molienda, evaluada a través de su velocidad (RPM), en la fracción amorfa y el tamaño de partícula del SiO_2 obtenido a partir de cascarilla de arroz? Bajo este planteamiento, el objetivo general de esta investigación fue determinar la influencia de la temperatura de calcinación y la molienda, evaluada a través de su velocidad (RPM), en la fracción amorfa y tamaño de partícula de SiO_2 obtenido de cascarilla de arroz. De manera específica, el estudio buscó: (i) analizar el efecto de la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) sobre la fracción amorfa del SiO_2 obtenido; (ii) evaluar la influencia de la velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM) en la reducción del tamaño de partícula del SiO_2 , mediante

caracterización por microscopía electrónica., sobre la reducción del tamaño de partícula del SiO₂; (iii) caracterizar la estructura y morfología del SiO₂ obtenido mediante técnicas de DRX, SEM y TEM, estableciendo la relación entre las condiciones de procesamiento y las propiedades del material.; y (iv) determinar el efecto de interacción entre la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda sobre la fracción amorfa y el tamaño de partícula, mediante análisis estadístico (ANOVA).

En función de los objetivos planteados, se formuló como hipótesis de investigación que la temperatura de calcinación y la molienda, evaluada a través de su velocidad (RPM), influyen significativamente en el proceso de obtención de SiO₂ a partir de cascarilla de arroz, afectando tanto la fracción amorfa como el tamaño de partícula del material. Esta hipótesis fue contrastada estadísticamente mediante un diseño factorial 3² con tres repeticiones por tratamiento, cuyos resultados se presentan y discuten en los capítulos correspondientes.

2. DISEÑO TEÓRICO

2.1 Antecedentes

Antecedentes internacionales

(Ajeel, Sukkar y Zedin, 2020) Evaluaron la extracción de sílice amorfa de alta pureza de la cáscara de arroz mediante proceso químico realizado en la provincia de Al-Najaf, Irak, donde extrajeron sílice amorfa de alta pureza (SiO_2) a partir de cascarilla de arroz, un residuo agrícola rico en componentes inorgánicos. El procedimiento incluyó un pretratamiento ácido con HCl 3N, seguido de una calcinación a 700°C durante 4 horas, y posteriormente una etapa de lixiviación utilizando NaOH en concentraciones de 1.5, 2, 2.5 y 3N. Los análisis mediante difracción de rayos X (XRD), fluorescencia de rayos X (XRF) y microscopía de fuerza atómica (AFM) confirmaron que las partículas obtenidas eran de sílice amorfa con alta área superficial. La mayor pureza alcanzada fue del 99.714 % empleando NaOH 3N, y se observaron partículas en escala nano y micro, con diámetros entre 87 y 114 nm.

(Ogwang et al, 2021) Calcinaron la cáscara de arroz a temperaturas de 600, 800 y 900°C durante 3 horas, obteniéndose sílice amorfa a 600°C , sílice cristalina a 900°C y una mezcla de formas amorfas y cristalinas a 800°C . El análisis mediante fluorescencia de rayos X indicó un contenido de sílice entre 89,07 % y 95,65 % en peso, mientras que la difracción de rayos X permitió determinar el grado de cristalinidad. La ceniza amorfa obtenida a 600°C se empleó para formular morteros geopoliméricos con metacaolín y activador alcalino, logrando resistencias a compresión y flexión de 1,45 y 1,28 MPa, respectivamente, después de siete días de curado. Se observó que la estructura tetraédrica desordenada de la sílice amorfa genera una elevada área superficial, lo que aumenta su reactividad química y la hace adecuada como material puzolánico. Los resultados evidenciaron que la temperatura de calcinación influye directamente en la transición de la sílice de amorfa a cristalina y, por ende, en las propiedades finales del mortero geopolimérico.

(Castillo et al., 2022) Realizaron dos métodos para preparar nanocompuestos, uno directo, en el que las cáscaras se impregnaron con sales metálicas antes de ser calcinadas; y otro indirecto, en el que primero se obtuvo sílice biogénica, la cual luego fue impregnada y sinterizada. Las muestras obtenidas por ambos métodos se caracterizaron por SEM, DLS y AFM, la composición se determinó por LiBS y sus propiedades ópticas por Uv-vis, FTIR y se estudiaron las variaciones en la banda prohibida de los óxidos metálicos y el efecto del confinamiento del óxido metálico

dentro de la estructura de la nanopartícula. Se observó un ajuste en la banda prohibida debido al confinamiento cuántico de los óxidos metálicos dentro de la matriz de sílice, destacando que el método directo resulta más simple y económico.

(Yuan et al., 2025) Estudiaron un relleno sostenible a partir de residuos agrícolas en la optimización de la molienda de bolas de sílice a base de ceniza de cáscara de arroz para compuestos de bandas de rodadura de neumáticos ecológicos, del cual su objetivo es el potencial del uso de sílice derivada de ceniza de cascarilla de arroz (RHA-SiO₂) como agente de refuerzo sostenible para compuestos de caucho para bandas de rodadura. Se estudiaron parámetros como la velocidad de rotación, el tiempo de molienda y las condiciones de secado en la calidad de las partículas obtenidas mediante molienda mecánica. Los resultados fueron que la velocidad de rotación y el estado de secado influyen significativamente en el tamaño y dispersión de las partículas, identificando como condiciones óptimas de molienda 240 RPM durante 2 horas con etanol anhidro, siendo la velocidad de rotación y el secado factores claves para la calidad de las partículas. Además, el RHA-SiO₂ logró mejorar las propiedades mecánicas de los compuestos de caucho alcanzando un incremento del 23,1 % con un 50 % de sustitución, lo que refuerza su potencial como refuerzo sostenible en compuestos para neumáticos.

(Park et al., 2023) Compararon tres métodos de extracción de sílice: combustión, lixiviación ácida y extracción alcalina. Este último destacó por su eficiencia y sostenibilidad, ya que no solo permitió obtener silicato de sodio como precursor funcional, sino que también mejoró significativamente la biocompatibilidad de la sílice al minimizar impurezas como el carbono residual, además se añadió al proceso la molienda de bolas con un sistema de reactor continuo en un solo recipiente, lo cual optimizó la eficiencia operativa, facilitó el transporte de biomasa de baja densidad como la cascarilla de arroz y redujo los costos de producción. Se evaluaron tres tiempos de residencia (50, 100 y 150 minutos), alcanzando rendimientos de extracción de sílice de 52,8 %, 69,1 % y 86,0 %, respectivamente. La sílice obtenida presentó una alta pureza (99,1 %) y estructura amorfa.

(Ajeel et al., 2021) investigaron la obtención de nanosílice (SiO₂NPs) de alta pureza a partir de residuos agrícolas de mazorca de maíz mediante una técnica de precipitación químicamente modificada, combinada con procesos de pretratamiento ácido y lixiviación alcalina. El estudio

empleó un pretratamiento con ácido clorhídrico (HCl 3N), seguido de la calcinación de la biomasa a 700 °C, y posteriormente la lixiviación del material calcinado con soluciones de hidróxido de sodio (NaOH) a diferentes concentraciones (2, 2.5 y 3 N), con el objetivo de evaluar su influencia sobre la pureza, morfología y tamaño de partícula de la nanosílice obtenida. La caracterización del producto se realizó mediante fluorescencia de rayos X (XRF), microscopía de fuerza atómica (AFM) y microscopía electrónica de barrido (FE-SEM), determinándose que la nanosílice sintetizada presenta una estructura amorfa con alta pureza, alcanzando valores de hasta 97.41 % de SiO₂ al emplear una concentración de 3 N de NaOH. Asimismo, los resultados de AFM evidenciaron tamaños promedio de partícula en el rango de 77.20 a 88.93 nm, observándose un incremento del tamaño y una transición morfológica de partículas esféricas hacia estructuras tipo cristalinas conforme aumenta la concentración del agente lixivante. Los autores concluyeron que los procesos de pretratamiento ácido y lixiviación alcalina son variables determinantes en la calidad, pureza y tamaño de la nanosílice producida, destacando que la metodología propuesta es técnicamente viable, económicamente favorable y con alto potencial de escalamiento industrial para la valorización de residuos agroindustriales.

(Mesa et al., 2024) estudiaron la obtención de sílice amorfa a partir de cascarilla de arroz colombiana mediante un proceso termoquímico, evaluando la influencia del pretratamiento ácido y de la temperatura de calcinación sobre la estructura y pureza del SiO₂ obtenido. El procedimiento incluyó un lavado ácido con ácido nítrico (HNO₃) en concentraciones de 0,2 a 2,0 M, seguido de una calcinación controlada a 620 °C durante tres horas, con el fin de eliminar impurezas metálicas y materia orgánica. La caracterización mediante difracción de rayos X (XRD) confirmó la obtención de sílice con estructura amorfa, mientras que los análisis de fluorescencia de rayos X (XRF) evidenciaron contenidos de SiO₂ entre 90,0 % y 94,9 %, sin incrementos significativos de pureza al aumentar la concentración del ácido por encima de 0,2 M. Asimismo, los resultados de adsorción-desorción de nitrógeno mostraron áreas superficiales elevadas, alcanzando valores cercanos a 298 m²/g, atribuibles a la formación de una estructura porosa durante la calcinación. Los autores concluyeron que la calcinación a 620 °C es adecuada para preservar la naturaleza amorfa de la sílice y que el pretratamiento ácido optimiza la eliminación de impurezas, estableciendo bases técnicas relevantes para el control de parámetros térmicos y el posterior acondicionamiento del material para procesos de reducción de tamaño.

(Bueno, 2021) Analizó la influencia de los parámetros de molienda en la reducción de tamaño y consumo energético de distintos materiales inorgánicos caliza, arena y dolomía, empleando el molino planetario de bolas PM 100 Retsch. Mediante un diseño experimental, evaluó variables como tiempo y velocidad de molienda, sentido de giro, tiempo de pausa y las condiciones en seco y en húmedo, determinando su efecto sobre la distribución granulométrica y la eficiencia del proceso. Los resultados evidenciaron que la molienda en húmedo favorece una mayor reducción de tamaño en la caliza y la dolomía, mientras que en la arena resulta más eficiente en seco. El tiempo de molienda (3–5 min) fue la variable de mayor influencia, alcanzándose reducciones de tamaño de hasta 96.32 %. Asimismo, se verificó que el requerimiento energético aumenta de manera no lineal conforme disminuye el tamaño de partícula, estableciendo una relación directa entre la finura alcanzada y el incremento del consumo de energía.

Antecedentes nacionales

(Quispe, 2018) Obtuvo materiales compuestos de matriz metálica de aluminio reforzados con sílice amorfa proveniente de cascarilla de arroz con el objetivo de determinar el tamaño de partícula óptimo y el porcentaje de infiltración del refuerzo cerámico para mejorar las propiedades mecánicas del material. El proceso se realizó mediante Stir Casting, empleando aluminio reciclado como matriz y sílice amorfa tamizada en mallas #70, #200 y #400. Los ensayos de tracción, dureza y microscopía revelaron que el menor tamaño de partícula (38 μm , malla #400) generó una resistencia a la tracción de 132.4 MPa, superando al material base. El análisis EDAX evidenció una mejor adherencia y mayor contenido de sílice (14.83 % wt) en dicha malla, concluyendo que la disminución del tamaño de partícula incrementa significativamente la resistencia y dureza del compósito.

Antecedentes regionales

Guevara Fernández y Sausa Burga (2024), en la tesis titulada “Potencial uso del biocarbón de cascarilla de arroz (*Oryza sativa*) como adsorbente para la remoción de tetraciclina en sistemas acuosos contaminados”, la investigación fue de enfoque cuantitativo y empleó un diseño experimental de Taguchi, considerando como factores de estudio la temperatura de pirólisis (500, 625 y 750 °C), el tiempo de contacto y la dosis del adsorbente. Para ello, se elaboraron biocarbones a diferentes temperaturas y se realizaron ensayos de adsorción, caracterización fisicoquímica, modelamiento cinético e isotérmico. Los resultados demostraron que el biocarbón obtenido a 750

°C alcanzó las mayores eficiencias de remoción, registrando valores entre 92,91 % y 97,83 %, con una eficiencia máxima optimizada de 99,51 %, además de presentar un área superficial de 231,04 m²/g y un volumen de poro de 0,12 m³/g. Asimismo, se determinó una dosis óptima de 20 g/L y una capacidad máxima de adsorción de 2,5 mg/g, ajustándose el proceso al modelo cinético de pseudo segundo orden y a la isoterma de Langmuir. Las autoras concluyeron que el biocarbón de cascarilla de arroz pirolizado a 750 °C constituye una alternativa eficiente, económica y ambientalmente sostenible para la remoción de tetraciclina en aguas contaminadas, debido a su elevada capacidad adsorbente y fácil disponibilidad como residuo agroindustrial. No obstante, esta investigación se centra en la fracción carbonosa del material y no aborda la cuantificación de la fracción amorfa del SiO₂ ni la reducción de tamaño de partícula hasta la escala nanométrica.

Los antecedentes regionales identificados evidencian que en la región Lambayeque la cascarilla de arroz ha sido aprovechada químicamente como precursora de coagulantes y adsorbentes, pero no como fuente directa de nanopartículas de sílice amorfa de alta pureza. En particular, no se han reportado estudios regionales que evalúen el efecto conjunto de la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda sobre la fracción amorfa y el tamaño de partícula del SiO₂, ni que caractericen el material obtenido mediante Difracción de Rayos X con refinamiento Rietveld, Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM).

2.2 Base teórica

2.2.1 Cascarilla de Arroz

La cascarilla de arroz es “una capa externa de protección que sirve de envoltura del grano de arroz, su forma es convexa y de color generalmente amarillento, la longitud aproximada es de 7 mm y tiene una densidad entre 340 kg/m³ y 400 kg/m³” (Sigüencia, 2022, p. 37).

Es una biomasa con alto potencial para la fabricación de productos de valor agregado. Asimismo, es uno de los residuos agrícolas, que se encuentra disponible en los arrozales en grandes cantidades y es un residuo industrial originado por la trilla del arroz y un contaminante ocasional (Pérez et al., 2022). Está compuesto por aproximadamente 35% de celulosa, 25% de hemicelulosas, 20% de lignina, 17% de ceniza (principalmente 94% de sílice en peso) y 3% de cera.

Además, la cascarilla de arroz presenta propiedades útiles para la construcción y otras aplicaciones industriales, ya que su estructura y composición química permiten un aprovechamiento funcional, el cual puede ser modulado mediante tratamientos térmicos (Darmenbayeva et al., 2024).

2.2.2 Ceniza de Cascarilla de Arroz

La ceniza de cascarilla de arroz (CCA) es un subproducto de la combustión de la cascarilla de arroz, caracterizado por su elevado contenido de sílice, que suele encontrarse entre 80 % y 95 % en peso (González-Fonteboa et al., 2021; Amran et al., 2020). Este material se considera carbono neutral y constituye entre un 18 % y 25 % del peso total de la cascarilla, lo que significa que por cada tonelada de arroz procesado pueden obtenerse aproximadamente 45 kg de CCA (Amran et al., 2020).

Su morfología corresponde a un polvo gris con partículas angulares y elevada superficie específica, lo que le confiere una notable actividad puzolánica (González-Fonteboa et al., 2021). Dependiendo de las condiciones de combustión, particularmente de la temperatura (generalmente entre 600 °C y 1000 °C), se pueden obtener cenizas con distinta densidad, pureza y grado de cristalinidad de la sílice (Du et al., 2021; Amran et al., 2020). En especial, la sílice amorfa es la fase más deseable por su versatilidad en aplicaciones industriales.

Figura 1

Cáscara y ceniza de cáscara de arroz



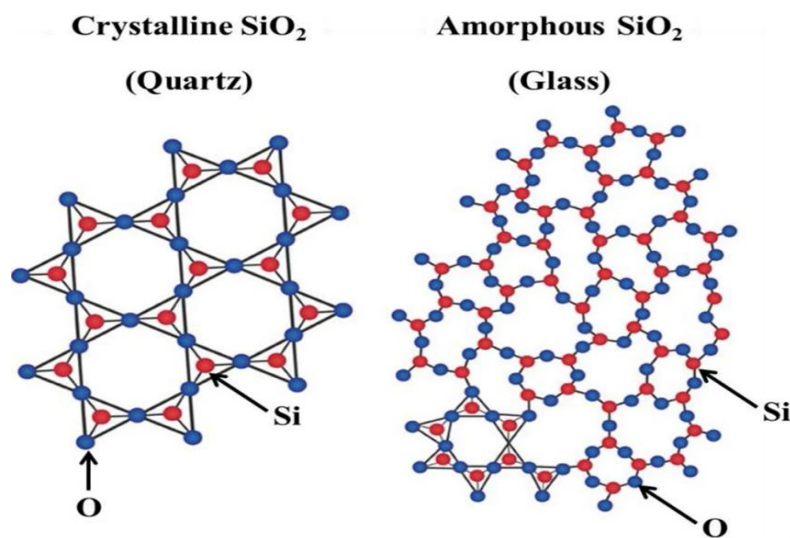
Nota. (González et al., 2021)

2.2.3 Dióxido de Silicio

La sílice o dióxido de silicio, SiO_2 , a menudo está presente como cuarzo o arena, aunque existe en de formas cristalinas y amorfas. En su forma cristalina se ha aplicado durante miles de años en la producción de vidrio y hormigón, mientras que las aplicaciones modernas incluyen cerámicas de alta temperatura y materiales refractarios. En la sílice cristalina, los átomos de silicio están rodeados por cuatro oxígenos formando tetraedros (SiO_4) conectados por enlaces Si-O-Si , formando una red ordenada. Cuando estos tetraedros se disponen de manera irregular, la estructura se vuelve amorfa, lo que altera el tamaño de los poros y genera heterogeneidad en la superficie. Esta variabilidad mejora la funcionalidad superficial, destacando los grupos siloxano y silanol (SiOH), cuyas propiedades (como densidad, carga y acidez) son clave para aplicaciones avanzadas en ciencia y tecnología. (McLean & Yarovsky, 2024)

Figura 2

Estructura de la sílice cristalina y amorfa



Nota. (Prabha et al., 2020)

2.2.4 Aplicaciones Industriales de la Sílice amorfa

Según Guo, Liu y Tang (2024), la sílice amorfa (SiO_2 amorfo) es un material inorgánico no cristalino con amplias aplicaciones funcionales debido a su estructura desordenada, alta estabilidad térmica, gran área superficial y biocompatibilidad. Se utiliza como aislante dieléctrico en dispositivos electrónicos, componente de vidrios y cerámicas avanzadas, y refuerzo en polímeros por su resistencia mecánica. En el campo biomédico, la sílice amorfa mesoporosa se usa como vehículo nanométrico para la liberación controlada de fármacos, diagnóstico por imagen y terapias antitumorales, además de ser un biomaterial bioactivo que estimula la formación de apatita y la regeneración ósea o dental. Asimismo, se aprovecha en catálisis heterogénea como soporte amorfo para metales activos (Ni, Co, Pt), incrementando la actividad catalítica gracias a sus defectos superficiales y grupos silanol ($-\text{Si}-\text{OH}$). En aplicaciones ambientales, la sílice amorfa actúa como adsorbente de contaminantes y gases tóxicos, y como soporte fotocatalítico combinado con óxidos metálicos amorfos (TiO_2 o ZnO), contribuyendo a la degradación de compuestos orgánicos bajo radiación UV o visible.

2.2.5 Molienda mecánica

La reducción del tamaño de partícula puede realizarse mediante diversos métodos de molienda mecánica, entre los que se incluyen molinos de bolas convencionales, molinos planetarios, molinos de medios agitados y molienda manual, dependiendo de la escala del proceso, los recursos disponibles y los objetivos del estudio. En este contexto, Salavati-Niasari, Javidi y Dadkhah (2013) reportaron que la molienda de alta energía en molino de bolas

planetario permite obtener nanopartículas de sílice con tamaños inferiores a 100 nm, evidenciando el potencial de este tipo de equipos para alcanzar tamaños ultrafinos.

No obstante, estos enfoques están orientados en aplicaciones específicas que requieren escalas nanométricas, mientras que, en estudios centrados en la evaluación del efecto de la calcinación y la clasificación granulométrica, la molienda mecánica cumple principalmente una función de acondicionamiento y homogenización del material.

2.2.6 Molino de Bolas de Sistema Planetario

Este tipo de molino, tiene una molienda especializada para moler materiales y convertirlos en polvos finos, son muy versátiles y permiten controlar la velocidad y el movimiento de molienda para conseguir tamaños de partícula y texturas específicos.

(Admin, 2025), nos dice que:

El proceso de molienda se basa en la energía cinética que se transfiere de las jarras giratorias y la rueda solar a las bolas de molienda, al girar en sentidos opuestos, las bolas se ven sometidas a las fuerzas de Coriolis y centrífugas, lo que provoca que se muevan en complejas trayectorias. Estos movimientos dan lugar a impactos de alta energía y a la fricción entre las bolas y el material, lo que conduce a una molienda eficaz y a la reducción del tamaño de las partículas. Se utilizan ampliamente en la ciencia de materiales, la química y la farmacia para tareas como la preparación de muestras, la síntesis de nanopartículas y la aleación mecánica.

Figura 3

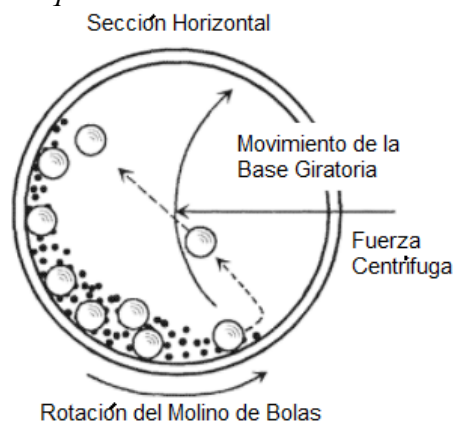
Molino de bolas planetario



Nota. Admin (2025)

Figura 4

Vista esquemática del movimiento de las bolas y polvo



Nota. (Molino de Bolas Planetario - 911Metallurgist)

Tabla 1

Cuadro sinóptico

Aspecto	Detalles
Principio	Doble movimiento de rotación: los tarros de molienda giran alrededor de un eje central y en sentido contrario sobre una rueda solar.
Componentes	Disco giratorio (rueda solar), tarros de molienda (planetas), bolas de molienda, eje central.
Mecanismo de molienda	Colisiones de alta energía y fricción por fuerzas centrífugas y de Coriolis.
Aplicaciones	Ciencia de materiales, química, farmacia, geología y minería.
Ventajas	Alta eficacia, escalabilidad, flexibilidad y precisión.
Limitaciones	Generación de calor, desgaste y coste elevado.

Nota. Admin (2025)

2.2.7 Relación entre calcinación, estructura amorfa y tamaño de partícula

Como se mencionó anteriormente la temperatura de calcinación desempeña un rol determinante en la estructura de la sílice obtenida a partir de la cascarilla de arroz. Por ello las temperaturas controladas entre 600 °C y 700 °C favorecen la eliminación de la fracción orgánica y la formación de sílice predominantemente amorfa, mientras que temperaturas más elevadas pueden inducir la cristalización parcial del material. La combinación de una calcinación

adecuada y una reducción granulométrica controlada permite obtener materiales con mayor homogeneidad y estabilidad estructural.

2.2.8 Comparación con Métodos Químicos

Las técnicas químicas como el proceso sol-gel, la lixiviación ácida o alcalina y la precipitación permiten obtener sílice de alta pureza ($\geq 95\%$); sin embargo, requieren reactivos agresivos en concentraciones elevadas tales como HCl o NaOH en rangos de 1 a 3 N, control estricto de pH, temperaturas elevadas, múltiples etapas de lavado y secado, y generan residuos líquidos con potencial contaminante, lo que incrementa los costos del proceso y limita su viabilidad en zonas rurales o instalaciones descentralizadas (Yuan et al., 2025).

En contraste, el presente estudio adopta un enfoque termomecánico, en el que la calcinación controlada y la molienda mecánica constituyen las etapas determinantes para la obtención y acondicionamiento del SiO_2 , si bien se incorpora un pretratamiento ácido con HCl 0,1 M, la concentración empleada es significativamente inferior a la utilizada en métodos puramente químicos, cumpliendo únicamente una función de remoción de impurezas metálicas sin alterar la naturaleza del proceso. Este enfoque representa una alternativa más simple, de menor impacto ambiental y con mayor potencial de aplicación en contextos donde se prioriza la valorización sostenible de residuos agroindustriales.

2.2.9 Comportamiento higroscópico

En términos generales, la humedad higroscópica se define como la “humedad retenida firmemente como una película sobre las partículas del suelo y que no responde a la acción capilar” (Merriam-Webster.com Dictionary, s. f.). Bajo este concepto, la cascarilla de arroz puede ser clasificada como un residuo altamente higroscópico, ya que está compuesta principalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina, polímeros ricos en grupos hidroxilo ($-\text{OH}$) que tienen gran afinidad por el agua y que explican su elevada capacidad para retener humedad en condiciones ambientales normales (Darmenbayeva et al., 2024). Esta característica higroscópica está vinculada a la presencia de regiones amorfas en la celulosa, donde las cadenas poliméricas presentan mayor accesibilidad para interactuar con las moléculas de agua en comparación con las zonas cristalinas, menos reactivas (Ilyas et al., 2021).

La cascarilla de arroz, de naturaleza lignocelulósica, posee un notable potencial como sorbente debido a su superficie activa, capaz de retener humedad y adsorber compuestos en fase acuosa (Faria-Tischer et al., 2016). Sin embargo, cuando la cascarilla de arroz se somete

a procesos térmicos controlados, como la calcinación, su comportamiento higroscópico se modifica de manera drástica. Esto ocurre porque la exposición a altas temperaturas degrada y elimina los compuestos orgánicos presentes en la biomasa, principalmente celulosa, hemicelulosa y lignina, los cuales contienen los grupos funcionales –OH responsables de la atracción de moléculas de agua. Como consecuencia de la descomposición térmica, la matriz lignocelulósica pierde su capacidad de retener humedad y se convierte en una ceniza rica en sílice amorfa, que alcanza concentraciones del 87 % al 97 % en peso. Este alto contenido de sílice, con una estructura más inerte y menos afin al agua, explica por qué la ceniza de cascarilla presenta una higroscopicidad mucho menor en comparación con la cascarilla en estado crudo (Kusumaningrum et al., 2021).

Cabe mencionar que, durante la calcinación, la cascarilla pierde su fracción orgánica y se convierte en una ceniza con un contenido de 87 % a 97 % de dióxido de silicio, lo que reduce su capacidad higroscópica al eliminarse los grupos funcionales polares responsables de la retención de agua (Kusumaningrum et al., 2021). En cambio, la torrefacción, aplicada entre 200 °C y 320 °C, induce reacciones de deshidratación y desoxigenación que disminuyen drásticamente la cantidad de hidroxilos disponibles. Como consecuencia, la humedad de equilibrio desciende a valores de 0,59 % a 1,14 % en peso, es decir, hasta un 92 % menos respecto al material sin tratamiento (Wongsiriwittaya et al., 2023).

2.2.10 Microscopio Electrónico de Transmisión TEM

El Microscopio Electrónico de Transmisión (TEM) es una técnica avanzada de caracterización que permite obtener información estructural, química y física de los materiales mediante la interacción de un haz de electrones con la muestra. Estudios recientes destacan que el TEM emplea sondas electrónicas menores a 1 nm, lo que permite realizar análisis cuantitativos a escala nanométrica (Ii, 2024). Asimismo, esta técnica es considerada una herramienta indispensable en la ciencia de materiales debido a su capacidad para visualizar estructuras desde la escala micrométrica hasta el nivel atómico (Alcorn et al., 2023). Adicionalmente, el TEM ofrece una resolución significativamente superior a la microscopía óptica y requiere muestras ultradelgadas, generalmente menores a 100 nm, para permitir la transmisión del haz electrónico (Malatesta, 2021).

La microscopía electrónica de transmisión (TEM) constituye una técnica avanzada de caracterización que permite analizar materiales a escala nanométrica e incluso atómica, superando ampliamente las limitaciones de resolución propias de la microscopía óptica. Su

principio de funcionamiento se basa en la interacción de un haz de electrones de alta energía con una muestra de espesor reducido, a través de la cual los electrones son transmitidos, brindando información detallada sobre la estructura interna del material (Williams & Carter, 2009).

En este contexto, los electrones son acelerados mediante altos potenciales eléctricos, adquiriendo una longitud de onda considerablemente menor que la de la luz visible, lo que permite obtener imágenes con alta resolución. El sistema instrumental del TEM está compuesto por un cañón electrónico y un conjunto de lentes electromagnéticas que focalizan y dirigen el haz incidente a través de la muestra, proyectando una imagen ampliada sobre sistemas de detección apropiados (Williams & Carter, 2009).

La formación de imagen en TEM está determinada tanto por los electrones transmitidos como por aquellos difractados al interactuar con la red cristalina del material, generando contrastes asociados a variaciones en la densidad electrónica, el espesor y la estructura cristalina. Del mismo modo, esta técnica permite obtener patrones de difracción electrónica, los cuales representan una herramienta fundamental para el análisis cristalográfico y la identificación de fases presentes en el material (Williams & Carter, 2009).

Dada su elevada capacidad de resolución, el TEM es ampliamente utilizado en la caracterización de materiales nanoestructurados, facilitando la observación de defectos cristalinos, límites de grano y arreglos atómicos. Sin embargo, su aplicación demanda procedimientos rigurosos de preparación de muestra, condiciones de operación en alto vacío e instrumentación altamente especializada (Williams & Carter, 2009).

2.2.11 Difracción de Rayos X (DRX)

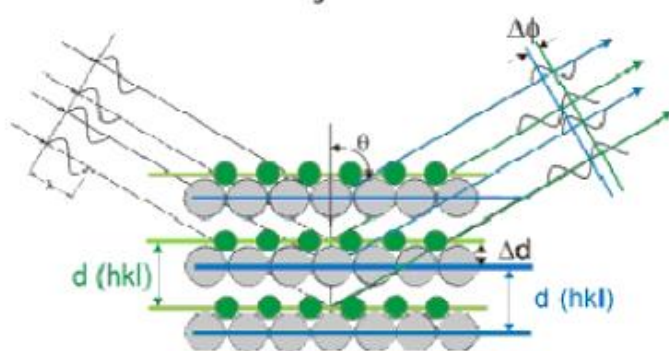
Desde un enfoque teórico, la difracción se define como un fenómeno de dispersión de los rayos X en el que intervienen todos los átomos que conforman el material sometido a irradiación. En las estructuras cristalinas, caracterizadas por un arreglo periódico de los átomos, los rayos X dispersados por diferentes planos atómicos presentan diferencias de fase entre sí. Como resultado de esta interacción, se producen fenómenos de interferencia a lo largo de su propagación, de los cuales únicamente ciertas ondas cumplen las condiciones necesarias para generar interferencia constructiva. Tal como se ilustra en la figura 5, estas condiciones se satisfacen únicamente cuando se cumple la relación expresada por la ley de Bragg:

$$n\lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta$$

Donde λ representa la longitud de onda del haz incidente de rayos X, d corresponde a la distancia interplanar entre los planos cristalográficos, θ es el ángulo de incidencia formado entre el haz incidente y los planos considerados, y n es un número entero que indica el orden de difracción.

Figura 5

Representación de la ley de Bragg



Nota. (Tuesta & Huaypar, 2012)

La técnica se fundamenta en la interacción de un haz de rayos X con los planos cristalinicos del material, generando patrones de difracción característicos de cada fase. En sistemas monofásicos o multifásicos, la comparación de estos patrones con bases de datos especializadas, como las gestionadas por el International Centre for Diffraction Data (ICDD), permite determinar la composición cualitativa y, mediante el análisis de intensidades relativas, estimar la proporción de fases presentes. El análisis se realiza empleando un difractómetro compuesto por una fuente de rayos X, un portamuestras y un detector, en el cual se registra la intensidad difractada en función del ángulo 2θ (Malvern Panalytical, s. f.).

2.2.12 Principio de la difracción de rayos X

La interacción de los rayos X con un sólido se produce principalmente a través de los electrones asociados a los átomos que lo componen, lo que da lugar a la dispersión de la radiación incidente en distintas direcciones. Como resultado de esta interacción, las ondas dispersadas pueden superponerse, originando fenómenos de interferencia cuya naturaleza depende de la relación de fase entre ellas. La difracción de rayos X se manifiesta cuando dicha superposición conduce a una interferencia constructiva, generando máximos de intensidad detectables experimentalmente.

Este comportamiento está directamente vinculado al grado de orden estructural del material. En los sólidos cristalinicos, la disposición periódica de los átomos favorece la aparición de interferencia constructiva en ángulos específicos, lo que permite la obtención de

difractogramas con picos bien definidos y reproducibles. Asimismo, existe una relación inversa entre la periodicidad de la red cristalina y los ángulos de difracción registrados, de modo que estructuras con menor espaciamiento interplanar presentan máximos de difracción a ángulos más elevados. En contraste, los materiales amorfos, al carecer de un orden atómico periódico, no generan picos definidos en los difractogramas, sino únicamente una banda ancha asociada a un valor promedio de dispersión. Esta diferencia permite distinguir claramente entre materiales cristalinos y amorfos mediante el análisis por difracción de rayos X (Ali et al., 2022).

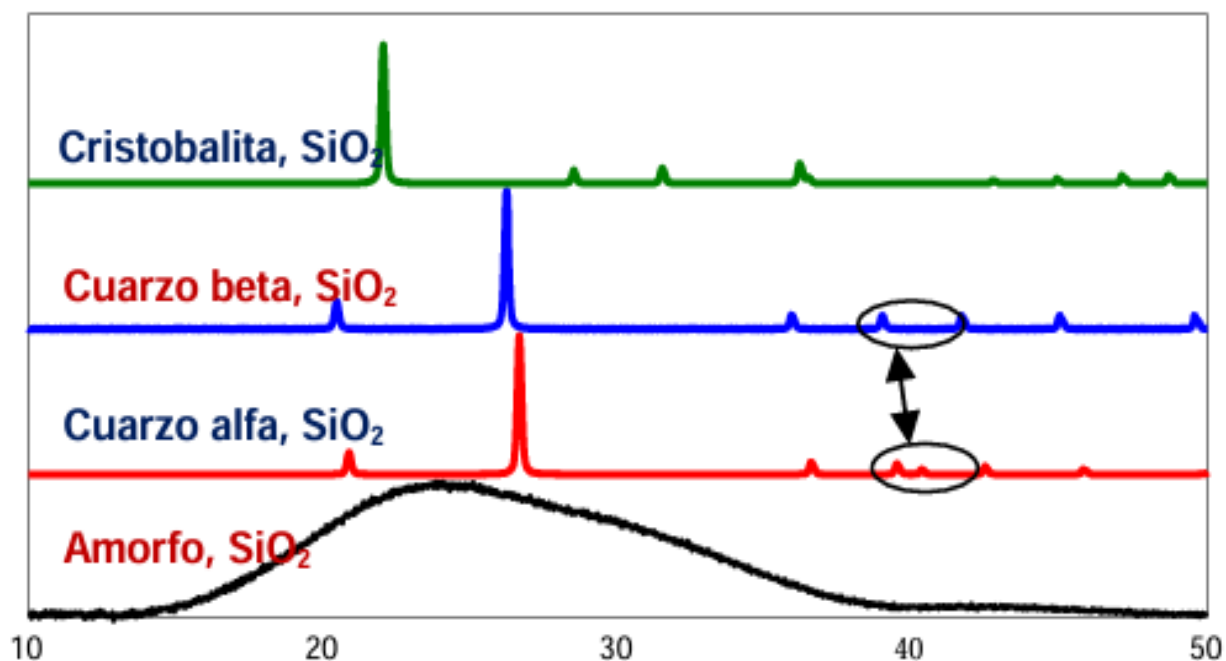
2.2.13 Aplicaciones del DRX

La difracción de rayos X es una técnica analítica no destructiva utilizada para la caracterización estructural de materiales, ya que permite identificar fases cristalinas y evaluar propiedades como la estructura cristalina, el tamaño de cristalita y la orientación preferencial. Su aplicación es común en el análisis de materiales en forma de polvo, sólidos compactos, películas delgadas y nanomateriales, debido a su alta precisión y confiabilidad en la identificación de fases (Malvern Panalytical, s. f.).

La difracción de rayos X (DRX) es una técnica ampliamente empleada en la caracterización estructural de materiales cristalinos, debido a su capacidad para identificar especies minerales, diferenciar polimorfos y reconocer la presencia de fases amorfas en una muestra. Cada fase cristalina presenta un patrón de difracción característico, determinado por posiciones angulares específicas y por intensidades relativas propias, lo que permite su identificación inequívoca incluso cuando diversas fases coexisten en un mismo material. En la figura 4 se muestra un ejemplo representativo correspondiente al óxido de silicio, donde se evidencian sus distintas fases cristalinas y su fase amorfa, las cuales pueden distinguirse claramente a partir de sus respectivos difractogramas (Tuesta & Huaypar, 2012).

Figura 6

Difractograma de diferentes fases del SiO_2



Nota. (Tuesta & Huaypar, 2012)

Por otro lado, la DRX constituye una herramienta fundamental en la investigación de materias primas, ya que permite evaluar los cambios de fase mediante el seguimiento de las modificaciones estructurales de las fases cristalinas sometidas a diferentes condiciones de procesamiento, tales como variaciones de temperatura, presión y tratamientos mecánicos como la molienda. En la figura 5 se presentan los cambios de fase observados en una misma muestra con contenido de silicatos y arcillas sometida a tratamiento térmico, donde se aprecia el colapso estructural de la fase caolinita alrededor de los 600 °C. Asimismo, se observa que la fase cuarzo permanece estable hasta aproximadamente los 900 °C, mientras que algunos picos asociados a las fases cristobalita y anatasa, visibles alrededor de los 600 °C, comienzan a disminuir progresivamente hasta desaparecer conforme aumenta la temperatura. Estos cambios reflejan las transformaciones estructurales inducidas por el tratamiento térmico y evidencian la utilidad de la DRX para el análisis del comportamiento mineralógico y estructural de los materiales durante procesos de transformación (Tuesta & Huaypar, 2012).

Difractogramas de rayos X correspondientes a una misma muestra sometida a tratamiento térmico



La microscopía electrónica de barrido (SEM) se desarrolló para superar las limitaciones de resolución de la microscopía óptica, las cuales están determinadas por la longitud de onda de la luz visible. A partir de los descubrimientos realizados en la década de 1920, se demostró que los electrones acelerados en el vacío presentan un comportamiento ondulatorio con una longitud de onda significativamente menor que la de la luz visible, lo que permite alcanzar resoluciones muy superiores. En el SEM, un haz de electrones de alta energía, generado en condiciones de alto vacío y acelerado típicamente entre 5 y 30 kV, incide sobre la superficie de la muestra. La interacción entre este haz y el material produce diversas señales que aportan información sobre la morfología superficial, la composición y las características estructurales del material analizado (Ipohorski & Bozzano, 2013).

30

representación electrónica basada en las señales generadas por la interacción electrón–materia, lo que convierte a esta técnica en una herramienta fundamental para la caracterización detallada de materiales (Ipohorski & Bozzano, 2013).

2.2.15 Análisis de datos mediante métodos estadísticos

El análisis de varianza (ANOVA, *Analysis of Variance*) es un conjunto de técnicas estadísticas paramétricas utilizadas para analizar la variabilidad de una variable de respuesta continua en función de uno o más factores de clasificación. Este método se fundamenta en la comparación de la variación entre los grupos y la variación dentro de los grupos, con el propósito de determinar si las diferencias observadas son estadísticamente significativas (Dagnino, 2014).

El ANOVA resulta particularmente útil cuando se requiere comparar más de dos grupos independientes, analizar mediciones repetidas o evaluar de manera simultánea el efecto de varios factores sobre una misma variable. La selección del tipo de ANOVA depende del diseño experimental y de la correcta identificación de la estructura de los datos recolectados, ya que la validez de los resultados está estrechamente vinculada a estos aspectos (Dagnino, 2014).

El ANOVA de una vía se emplea cuando existe un único factor independiente con dos o más niveles que permiten clasificar a las unidades experimentales. Este diseño permite evaluar si dicho factor ejerce un efecto significativo sobre la variable de respuesta; en este contexto, el test *t* de Student puede considerarse un caso particular del ANOVA de una vía cuando se comparan únicamente dos grupos (Dagnino, 2014).

Por su parte, el ANOVA de dos vías se utiliza cuando se analizan simultáneamente dos factores independientes sobre una variable de respuesta continua. Este enfoque permite evaluar tanto el efecto individual de cada factor como la posible interacción entre ambos, lo cual resulta relevante cuando la influencia de un factor depende del nivel del otro. En este diseño, la variabilidad total se descompone en componentes atribuibles a cada factor, a su interacción y al error residual, permitiendo una interpretación más completa de los resultados experimentales (Dagnino, 2014).

Para la correcta aplicación del ANOVA de dos vías, es necesario que el número de observaciones sea equivalente en cada combinación de niveles de los factores analizados, condición que suele cumplirse en estudios experimentales controlados. Asimismo, dependiendo de la naturaleza de los factores, estos pueden considerarse de efectos fijos, aleatorios o mixtos; no obstante, todas las variantes del ANOVA comparten el mismo fundamento estadístico basado en la comparación de varianzas (Dagnino, 2014).

2.2.16 Definición y operacionalización de variables

- Variable dependiente: Medición de la fracción amorfa y tamaño de partícula del SiO₂ obtenido.
- Variable independiente: Temperatura de calcinación y velocidad molienda.

Tabla 2

Operacionalización de variables

VARIABLE	DEFINICIÓN CONCEPTUAL	DEFINICIÓN OPERACIONAL	DIMENSIONES	INDICADOR	U.M.
VARIABLE INDEPENDIENTE					
TEMPERATURA DE CALCINACIÓN	Es la magnitud térmica aplicada a un material durante un proceso de tratamiento térmico, capaz de inducir transformaciones físicas, químicas y estructurales en su composición.	Condiciones térmicas aplicadas a la cascarilla de arroz durante el proceso en horno mufla a 600, 650 y 700°C	Nivel térmico de calcinación	Temperatura programada en horno mufla	°C
VELOCIDAD DE MOLIENDA	Es la velocidad de rotación del sistema de molienda mecánica que determina la energía de impacto y fricción ejercida sobre las partículas durante la reducción de tamaño.	Velocidad de rotación aplicada en el molino planetario durante el proceso de molienda de la ceniza calcinada, evaluada a 500, 600 y 700 RPM.	Velocidad de molienda mecánica	Velocidad de rotación del molino planetario	RPM
VARIABLE DEPENDIENTE					
FRACCIÓN AMORFA DEL SiO ₂	Es la proporción de sílice que presenta una estructura atómica desordenada, sin periodicidad cristalina de largo alcance.	La fracción amorfa se determinó mediante análisis DRX y cuantificación por refinamiento Rietveld de las muestras obtenidas.	Fracción amorfa del SiO ₂	Contenido de SiO ₂ amorfo determinado por DRX	%
TAMAÑO DE PARTÍCULA DEL SiO ₂	Es la dimensión promedio de las partículas sólidas que conforman un material particulado.	El tamaño de partícula del SiO ₂ se determinó mediante microscopía electrónica SEM/TEM.	Tamaño granulométrico	Tamaño promedio de partícula determinado por SEM/TEM	nm

3. DISEÑO METODOLÓGICO

3.1 Diseño de contrastación de hipótesis

El presente estudio corresponde a un diseño experimental de tipo factorial 3^2 , en el cual se manipulan deliberadamente dos variables independientes: la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) y la velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM), bajo condiciones controladas de laboratorio. La combinación de los tres niveles de cada factor da lugar a nueve tratamientos, los cuales se realizan con tres repeticiones independientes, obteniéndose un total de 27 unidades experimentales. Se evalúa el efecto de dichos factores sobre las variables dependientes: fracción amorfa y tamaño de partícula del SiO_2 obtenido a partir de cascarilla de arroz. La distribución de los tratamientos se presenta en la Tabla 3.

Tabla 3

Diseño factorial 3^2 para la obtención de SiO_2 a partir de cascarilla de arroz

	600 °C	650 °C	700 °C
500 RPM	Trat. A	Trat. B	Trat. C
600 RPM	Trat. D	Trat. E	Trat. F
700 RPM	Trat. G	Trat. H	Trat. I

Nota. Diseño experimental factorial 3^2 donde la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) y la velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM) son las variables independientes, evaluadas sobre la fracción amorfa y el tamaño de partícula del SiO_2 obtenido de cascarilla de arroz.

3.2 Tipo y nivel de investigación

La investigación es de tipo aplicada, ya que busca mejorar el proceso de obtención de sílice amorfa a partir de cascarilla de arroz mediante la optimización de las condiciones de calcinación y molienda mecánica. Asimismo, es de enfoque cuantitativo, dado que se fundamenta en la recolección y análisis de datos numéricos obtenidos a partir de los ensayos experimentales.

3.3 Población y muestra

Población

La población estuvo constituida por la cascarilla de arroz generada como residuo agroindustrial durante el proceso de pilado del arroz en la empresa Molino Don Julio S.A.C., planta molinera ubicada en la región Lambayeque, Perú.

Muestra

La muestra consistió en 2 kilogramos de cascarilla de arroz, recolectados de manera aleatoria durante la etapa de pilado del arroz en la empresa Molino Don Julio S.A.C., ubicada en la región Lambayeque, la muestra fue almacenada en recipientes limpios y secos, evitando su humidificación y la presencia de agentes contaminantes, hasta su posterior procesamiento para el desarrollo de la investigación.

3.4 Técnicas, instrumentos, equipos y materiales

Técnicas

- Pretratamiento ácido (lixiviación con HCl 0.1M).
- Deshumidificación (secado en estufa)
- Calcinación controlada en mufla.
- Molienda mecánica en molino planetario.
- Difracción de rayos X (DRX)
- Microscopía electrónica de barrido (SEM)
- Microscopía electrónica de transmisión (TEM)

Equipos e instrumentos:

- Balanza analítica
- Estufa
- Mufla
- Microscopio electrónico LVEM 25E para análisis SEM/TEM
- Molino planetario modelo XQM-4A marca INFITEK.
- Difractómetro de rayos X Aeris
- Desecador

Materiales:

- Cascarilla de arroz
- Crisoles de porcelana
- Vasos de precipitado (1 L)
- Varillas de agitación
- Agitador magnético
- Sistema de reflujo
- Tamiz malla #100, #200, #400
- Envases de vidrio esterilizados.

Reactivos:

- Ácido clorhídrico (HCl 0,1 M)
- Agua destilada.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

4.1 Preparación de Muestra

La muestra de cascarilla de arroz (*Oryza sativa*) se recolectaron en el Molino Don Julio S.A.C. En una primera etapa, se procedió a la eliminación manual de impurezas físicas, tales como partículas gruesas, polvo, restos vegetales y otros contaminantes superficiales, con el fin de asegurar la homogeneidad del material. Posteriormente, la cascarilla fue lavada con agua desionizada para remover residuos adheridos, con el fin de reducir su contenido de impurezas superficiales antes del tratamiento ácido.

4.2 Pretratamiento de Muestra

Preparación de solución HCl 0.1 M

La solución de ácido clorhídrico (HCl) 0,1 M se preparó a partir de HCl concentrado al 37 % grado analítico, marca SIGMA, cuya concentración aproximada es de 12 M. El volumen de ácido concentrado requerido se determinó aplicando la ecuación de dilución:

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

Donde:

- C_1 : concentración del HCl concentrado (12 M)
- V_1 : volumen del HCl concentrado (mL)
- C_2 : concentración de la solución final (0,1 M)
- V_2 : volumen final de la solución (1000 mL)

Este procedimiento se realizó para su posterior uso en el reflujo que se usó en la muestra.

4.3 Reflujo con ácido en la muestra

La muestra de cascarilla de arroz previamente acondicionada fue sometida a un tratamiento de reflujo ácido utilizando una solución de HCl 0,1 M durante un tiempo de 2 horas, cabe recalcar que dicha concentración de HCl, tuvo como finalidad exclusiva la remoción de impurezas metálicas superficiales presentes en la cascarilla, sin constituir una etapa de extracción química de la sílice.

Para ello, se montó un sistema de reflujo compuesto por un matraz de fondo redondo, un condensador y una fuente de calentamiento con control de temperatura. El sistema fue ensamblado sobre un soporte universal, asegurando la correcta conexión del condensador para evitar pérdidas de reactivo y garantizar un reflujo eficiente.

Posteriormente, la muestra fue colocada en el matraz junto con la solución ácida preparada y el sistema se sometió a calentamiento constante a una temperatura de 100 °C, manteniéndose esta condición bajo control durante todo el proceso de reflujo. Este tratamiento permitió la eliminación de sales solubles y compuestos minerales indeseables, favoreciendo la purificación del material lignocelulósico y mejorando sus propiedades para las etapas posteriores del proceso experimental.

4.4 Lavado y Secado de Muestra

Una vez finalizado el tratamiento de reflujo ácido, la muestra fue lavada en siete (7) ciclos consecutivos con agua destilada, con el objetivo de eliminar los residuos de ácido clorhídrico remanentes. El proceso de lavado se realizó hasta alcanzar condiciones cercanas a la neutralidad, verificándose un pH final de 6,598, conforme a la medición registrada. Posteriormente, la muestra fue dejada en reposo para su secado a temperatura ambiente durante un período de 24 horas, asegurando la eliminación de la humedad superficial antes de su posterior procesamiento.

4.5 Determinación de Humedad

Para la determinación del contenido de humedad, inicialmente se pesaron 270 g de cascarilla de arroz. Tras el acondicionamiento previo de la muestra, se obtuvo una masa de 244.45 g, la cual fue utilizada para el análisis. Posteriormente, la muestra fue introducida en una estufa de secado a una temperatura de 105 ± 3 °C, donde se mantuvo hasta alcanzar masa constante, conforme al método gravimétrico.

Durante el proceso de secado, las muestras fueron retiradas periódicamente de la estufa y enfriadas en un desecador antes de cada pesada, con el fin de evitar la reabsorción de humedad ambiental y garantizar la exactitud de las mediciones.

El contenido de humedad se determinó mediante el método gravimétrico, calculándose a partir de la pérdida de masa registrada durante el secado, según la siguiente fórmula:

$$\%H = \frac{Mi - Mc}{Mi} * 100$$

Donde:

%H: porcentaje de humedad (% en peso)

M_i: masa inicial de la muestra antes del secado (g)

M_c: masa de la muestra después del secado hasta masa constante (g)

Adicionalmente, el contenido de humedad también fue medido utilizando un determinador de humedad marca KERN DAB. Con el fin de evaluar la concordancia entre ambos métodos, se calculó el error relativo porcentual, utilizando como valor de referencia el obtenido con el equipo:

$$\text{Error relativo porcentual (\%)} = \frac{|Valor_{formula} - Valor_{equipo}|}{Valor_{equipo}} * 100$$

Donde:

Valor_{formula} : Humedad calculada mediante la fórmula gravimétrica (%)

Valor_{equipo}: Humedad medida con el equipo analizador (%)

El resultado fue un error relativo porcentual de 3,96 %.

Cabe resaltar que el valor obtenido por debajo del 5 %, es considerado como límite máximo aceptable.

4.6 Calcinación controlada

El procedimiento experimental se realizó en el Laboratorio de Química de la Facultad de Ingeniería Agroindustrial de la Universidad Señor de Sipán. Inicialmente, los crisoles fueron secados en estufa con la finalidad de eliminar la humedad residual. Posteriormente, se enfriaron en un desecador hasta alcanzar temperatura ambiente y se pesaron en una balanza analítica H.W. KESSEL S.A., modelo GR-200, con el fin de asegurar masa constante.

Los crisoles con la muestra fueron sometidos a calcinación en un horno mufla de fibra cerámica, modelo SX4-712, marca FAITHFUL. Se realizaron 27 corridas de calcinación en total, correspondientes a los nueve tratamientos del diseño factorial 3² con tres repeticiones por tratamiento. Cada corrida tuvo un tiempo de residencia de 2 horas, a temperaturas de 600 °C, 650 °C y 700 °C, respectivamente. Los crisoles fueron introducidos en la mufla durante el incremento

progresivo de la temperatura con el propósito de evitar la combustión súbita de la biomasa y pérdidas de material.

Finalizado cada ciclo de calcinación, los crisoles fueron retirados del horno empleando guantes de cuero y pinzas de madera, enfriados en un desecador hasta alcanzar temperatura ambiente y posteriormente pesados en la balanza analítica para determinar la masa de ceniza obtenida. Cabe mencionar que la ceniza calcinada se envasó en frascos de vidrio previamente esterilizados, secados en un horno y enfriados a temperatura ambiente, con la finalidad de evitar la condensación de humedad ambiental durante el almacenamiento de las muestras."

4.7 Tamizado

Las muestras también se sometieron a un proceso de tamizado secuencial mediante mallas ASTM N°100, N°140 y N°200, con el objetivo de garantizar que el material ingresara al molino planetario con una granulometría máxima controlada, favoreciendo una reducción de tamaño más homogénea y reproducible entre los distintos tratamientos.

4.8 Molienda de Ceniza de Cascarilla de Arroz

Se empleó un molino de bolas planetario de laboratorio, modelo XQM-4A marca INFITEK, para la reducción de tamaño de la ceniza de cascarilla de arroz obtenida en las instalaciones de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería. Este equipo corresponde a un molino planetario de laboratorio, con capacidad total de 4 L y una capacidad efectiva de carga de hasta 1,32 L, operando mediante un sistema de transmisión por engranajes y control de velocidad mediante convertidor de frecuencia.

El equipo cuenta con velocidad de rotación variable, alimentado a 220 V y con una potencia aproximada de 0,75 kW, permitiendo la obtención de partículas finas con tamaños de hasta 0,1 μm bajo condiciones óptimas de operación. Asimismo, dispone de cuatro estaciones de molienda simultánea, lo que permite procesar varias muestras en paralelo, con control de tiempo programable y operación en seco o húmedo.

La molienda se llevó a cabo a velocidades de 500, 600 y 700 rpm como condiciones experimentales, con la finalidad de evaluar la influencia de la velocidad de rotación en la eficiencia de reducción de tamaño de partícula, incrementando la energía de impacto y fricción durante el proceso.

4.9 Caracterización con DRX

El procedimiento de caracterización se realizó en el Laboratorio de Física de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería (UNI). Para ello, las 27 muestras previamente molidas fueron analizadas en un rango de ángulo 2θ comprendido entre $10,0^\circ$ y $80,0^\circ$, empleando un difractómetro de rayos X de laboratorio con geometría de goniómetro.

La identificación de las fases cristalinas presentes en la ceniza se llevó a cabo mediante la comparación de los difractogramas experimentales con las tarjetas estándar ASTM disponibles en la base de datos del sistema de difracción, permitiendo determinar la naturaleza cristalina y los compuestos predominantes en la muestra analizada.

Para la cuantificación de la proporción de sílice en fase amorfa presente en cada muestra, se aplicó el método de refinamiento Rietveld sobre los patrones de difracción obtenidos. Este método, ampliamente utilizado en el análisis cuantitativo de fases en materiales polifásicos, permite determinar con precisión las fracciones amorfa y cristalina mediante el ajuste matemático de los difractogramas experimentales con modelos teóricos calculados a partir de la estructura cristalina de las fases presentes.

4.10 Microscopía Electrónica De Barrido (SEM) y TEM

Los análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía electrónica de transmisión (TEM) fueron realizados en el Laboratorio de Física de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería (UNI), empleando un microscopio electrónico LVEM 25E, bajo las condiciones operativas descritas en la Tabla 3. Se analizaron un total de 27 muestras, correspondientes a cada combinación de temperatura de calcinación y velocidad de molienda establecidas en el diseño experimental. Mediante SEM se evaluó la morfología superficial y se estimó el tamaño de partícula a escala micrométrica, mientras que el análisis TEM permitió complementar esta información a escala nanométrica, posibilitando la visualización de partículas individuales con mayor resolución.

5. RESULTADOS

5.1 Determinación de humedad de la cascarilla de arroz

Para la determinación del contenido de humedad se emplearon dos métodos: el método gravimétrico por secado en estufa a 105 ± 3 °C hasta masa constante, y la medición mediante equipo analizador de humedad marca KERN DAB. Con el fin de corroborar la confiabilidad del procedimiento, los ensayos se realizaron por duplicado bajo idénticas condiciones experimentales. A partir de los pesos registrados en cada ensayo, el contenido de humedad promedio calculado mediante la ecuación gravimétrica fue de 12,82 % y el contenido de humedad por el equipo analizador KERN DAB fue de 13,35 %, obteniéndose un error relativo porcentual promedio de 3,97 %, valor que se encuentra por debajo del límite máximo aceptable del 5 %, lo que indica buena concordancia entre ambos métodos y valida la confiabilidad del procedimiento experimental aplicado.

Tabla 4

Determinación de humedad de la cascarilla de arroz mediante método gravimétrico y equipo analizador KERN DAB (ensayo por duplicado)

Ensayo	Peso antes del secado (g)	Peso después del secado (g)	% Humedad (Gravimétrico)	% Humedad (Equipo KERN DAB)	Error relativo (%)
1	244,45	213,06	12,84	13,37	3,96
2	245,45	213,16	12,80	13,33	3,98
Promedio	244,45	213,11	12,82	13,35	3,97

5.2 Rendimiento de ceniza por temperatura de calcinación

A partir de una masa inicial de 71,02 g de cascarilla de arroz por corrida experimental, se obtuvieron los rendimientos de ceniza presentados en la Tabla 4. Los valores oscilan entre 18,44 % y 19,55 %, observándose que la calcinación a 650 °C produjo el mayor rendimiento, seguida de 700 °C y finalmente 600 °C. La variación entre los tres niveles de temperatura es relativamente

pequeña, lo que indica que en el rango evaluado (600–700 °C) la masa de ceniza obtenida es estable. Este comportamiento es consistente con lo reportado en la literatura, donde se señala que la cascarilla de arroz genera aproximadamente entre 18 % y 25 % de ceniza en peso tras la combustión controlada (Amran et al., 2020).

Tabla 5

Rendimiento de ceniza de cascarilla de arroz por temperatura de calcinación

Temperatura de calcinación (°C)	Masa inicial de cascarilla (g)	Masa de ceniza obtenida (g)	Rendimiento de ceniza (%)
600	71,02	13,10	18,44
650	71,02	13,89	19,55
700	71,02	13,39	18,85

5.3 Caracterización estructural por Difracción de Rayos X (DRX)

La caracterización estructural de las muestras de sílice obtenidas bajo las diferentes condiciones experimentales se realizó mediante difracción de rayos X (DRX) en el Laboratorio de Física de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería (UNI). Los análisis se efectuaron empleando radiación Cu K α ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$), a 40 kV y 8 mA, en un intervalo angular de 2θ entre 10° y 80° , con un paso de 0.0027166° , lo que generó aproximadamente 25 767 puntos de medición por muestra. Esto con el propósito de identificar las fases presentes y evaluar el efecto de la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda sobre la estructura del SiO₂ obtenido.

Si bien el estudio contempló un total de 27 unidades experimentales (nueve tratamientos con tres repeticiones cada uno), se presenta un difractograma representativo por cada tratamiento, dado que las réplicas exhibieron patrones de difracción altamente reproducibles entre sí, con variaciones cualitativas no significativas. Los difractogramas fueron elaborados a partir de los archivos de datos experimentales proporcionados por el Laboratorio de Física de la UNI en formato digital (que contenían los pares de valores ángulo 2θ e intensidad registrados para cada muestra) graficando dichos valores para obtener el perfil de difracción de cada tratamiento. Posteriormente, la cuantificación de las fracciones amorfa y cristalina fue llevada a cabo por el personal técnico de

dicho laboratorio mediante el método de refinamiento Rietveld, aplicado sobre las tres réplicas de cada tratamiento; los valores cuantitativos correspondientes se presentan en la sección 5.5.

5.3.1 Análisis general de los difractogramas

Antes de realizar la interpretación detallada de los difractogramas obtenidos, es importante precisar el concepto de halo amorfo, ya que constituye la principal evidencia estructural de la naturaleza del SiO_2 obtenido. En los patrones de difracción de rayos X, un halo amorfo corresponde a una banda ancha y difusa, sin picos agudos ni reflexiones bien definidas, que se origina como consecuencia de la ausencia de un ordenamiento atómico periódico de largo alcance en el material. A diferencia de las fases cristalinas, en las cuales los planos atómicos ordenados generan interferencia constructiva y producen picos agudos a ángulos específicos (como ocurre en el cuarzo o la cristobalita), los materiales amorfos solo muestran esta dispersión difusa, producto de interacciones atómicas a corto alcance. Por lo tanto, la presencia de un halo amorfo dominante en los difractogramas, sin picos cristalinos resueltos, constituye evidencia directa de que el SiO_2 obtenido a partir de la cascarilla de arroz, mediante el proceso de calcinación y molienda aplicado, conserva predominantemente una estructura amorfa y no cristalina.

Los difractogramas obtenidos para los nueve tratamientos evaluados presentan un comportamiento característico de materiales predominantemente amorfos. En todos los casos se identifica un halo amorfo ancho y difuso centrado en $2\theta \approx 20\text{--}22^\circ$, acompañado de una elevación secundaria en la región de $2\theta \approx 10\text{--}17^\circ$, ambos atribuibles a la sílice amorfa (SiO_2) y asociados a la ausencia de ordenamiento estructural de largo alcance propio de las fases cristalinas.

Mediante inspección visual directa no se aprecian picos cristalinos intensos ni bien definidos en ninguna de las condiciones evaluadas. Sin embargo, el refinamiento Rietveld permitió detectar y cuantificar una fracción cristalina incipiente, cuya proporción varía en función de los parámetros de procesamiento, tal como se detalla en la sección 5.5. Esta cristalización incipiente no se manifiesta como reflexiones agudas y discretas en los difractogramas, sino como ligeras modulaciones dentro del halo amorfo, evidenciando un incremento progresivo del orden estructural a corto alcance.

Al comparar los difractogramas en función de los parámetros experimentales, se identifica una tendencia general: conforme se incrementan la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda, el máximo del halo amorfo se vuelve progresivamente más definido e intenso. Este comportamiento se asocia a una reorganización incipiente de la red silícea (Si–O–Si), inducida por el efecto combinado de la energía térmica y la energía mecánica aportada durante el procesamiento.

5.3.2 Muestras calcinadas a 600 °C

Las figuras 8, 9 y 10 presentan los difractogramas correspondientes a los tratamientos A, D y G, calcinados a 600 °C con velocidades de molienda de 500, 600 y 700 RPM, respectivamente.

Figura 8

Tratamiento A: 600 °C a 500 RPM

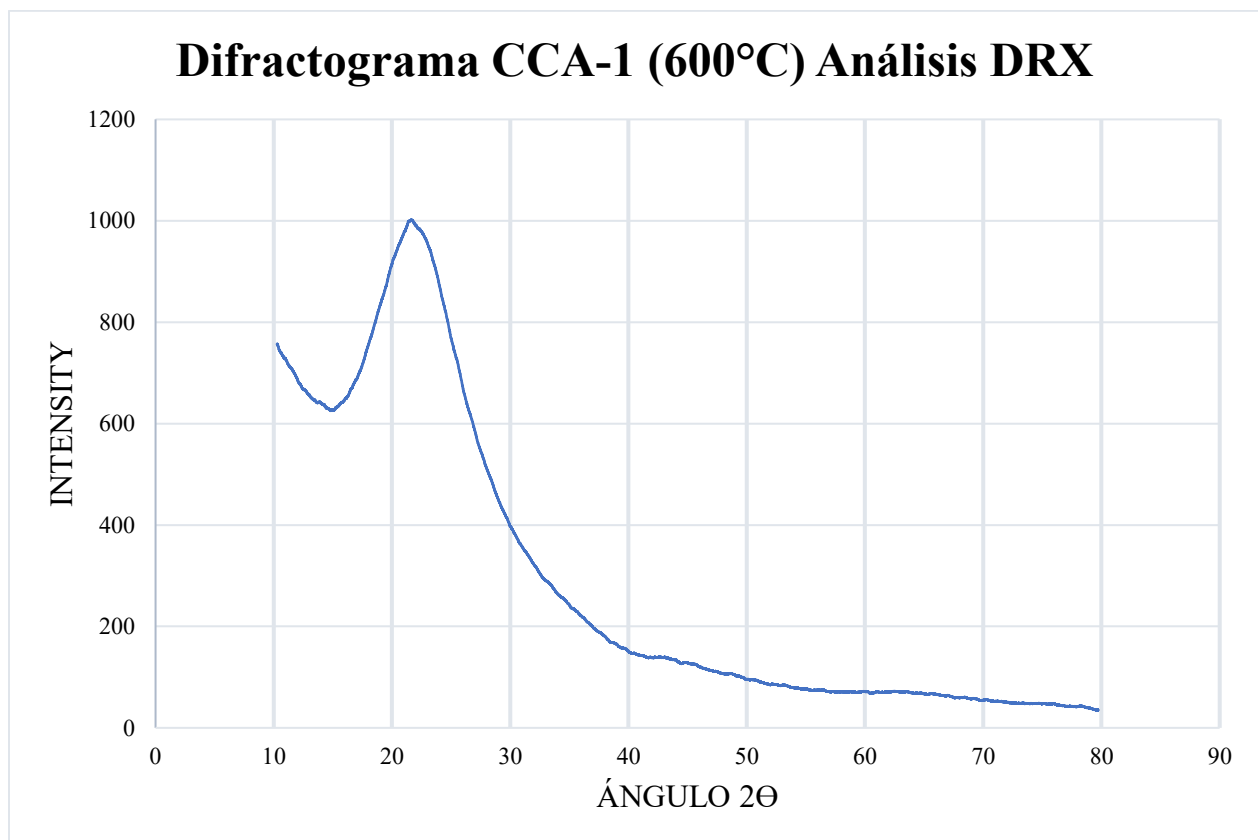


Figura 9

Tratamiento D: 600 °C a 600 RPM

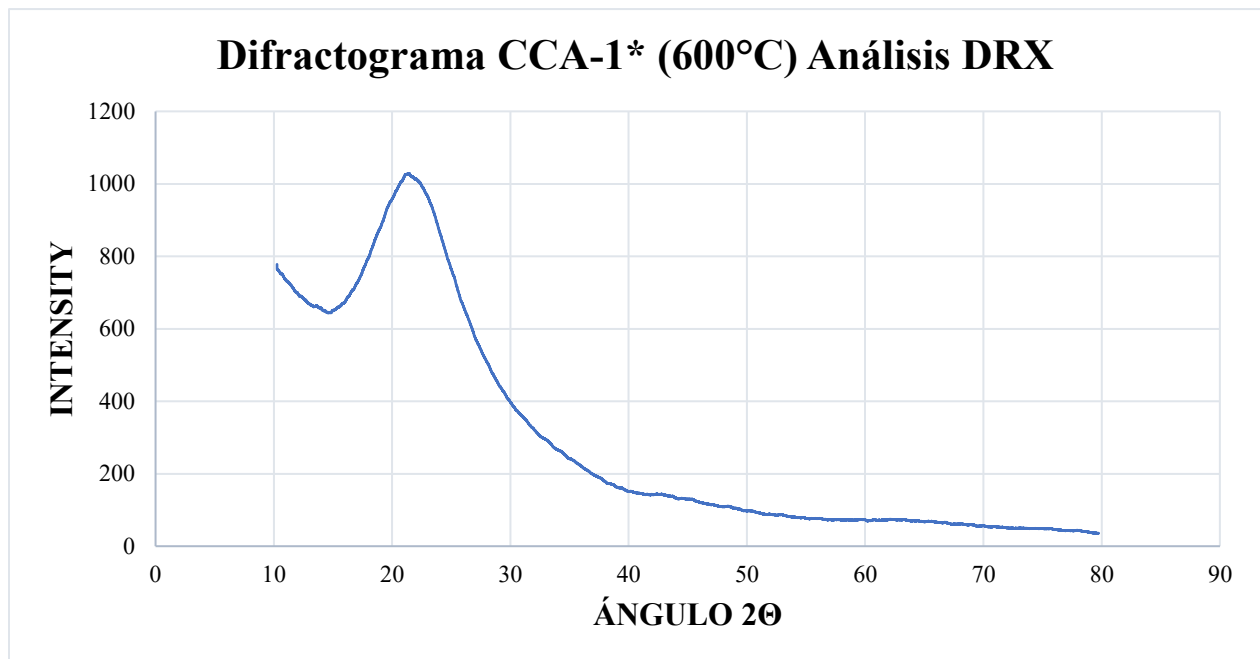
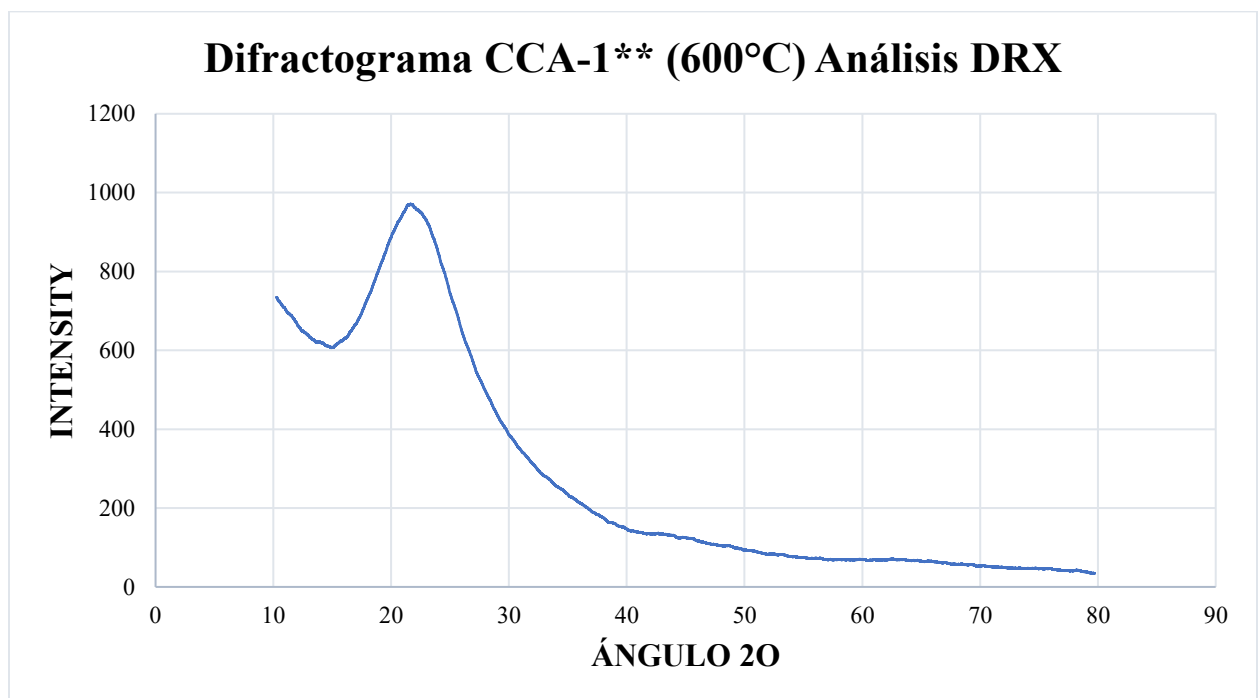


Figura 10

Tratamiento G: 600 °C a 700 RPM



En los tres difractogramas se evidencia un halo amorfo dominante centrado en $2\theta \approx 20\text{--}22^\circ$, característico de la sílice amorfa, sin reflexiones cristalinas apreciables a simple vista. El halo observado a esta temperatura corresponde a un halo amorfo puro, caracterizado por una banda ancha, suave y simétrica, sin un máximo marcadamente intenso, lo cual indica que el material conserva una estructura altamente desordenada, en la cual los tetraedros (SiO_4) se encuentran distribuidos de manera aleatoria, sin agrupaciones locales con tendencia hacia un orden estructural definido. A 500 RPM se observa un halo amplio, suave y de baja intensidad, mientras que, al incrementar la velocidad de molienda a 600 y 700 RPM, el máximo del halo adquiere una definición ligeramente mayor, lo que sugiere un incipiente reordenamiento estructural a corto alcance inducido por la energía mecánica. De acuerdo con el refinamiento Rietveld (Tabla 15), a esta temperatura se obtienen las mayores proporciones de fase amorfa del estudio, con valores superiores al 96 % en todas las velocidades evaluadas.

5.3.3 Muestras calcinadas a 650°C

Las figuras 11, 12 y 13 muestran los difractogramas de los tratamientos B, E y H, calcinados a 650°C a velocidades de 500, 600 y 700 RPM

Figura 11

Tratamiento B: 650°C a 500 RPM

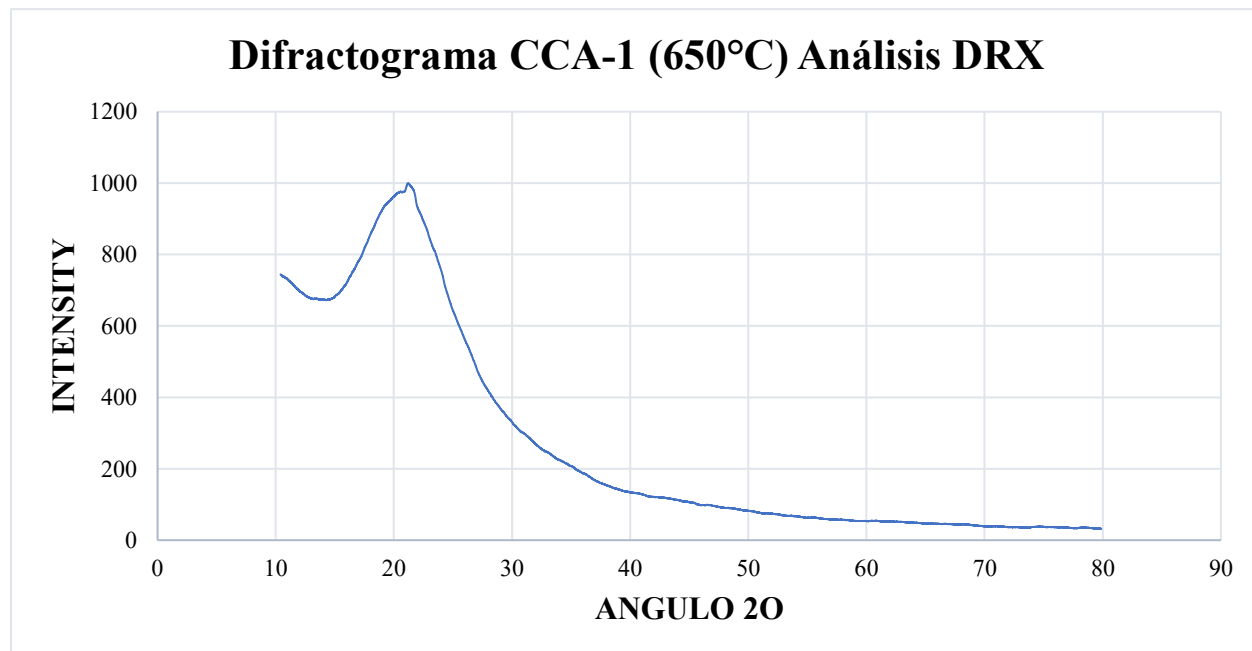


Figura 12

Tratamiento E: 650 °C a 600 RPM

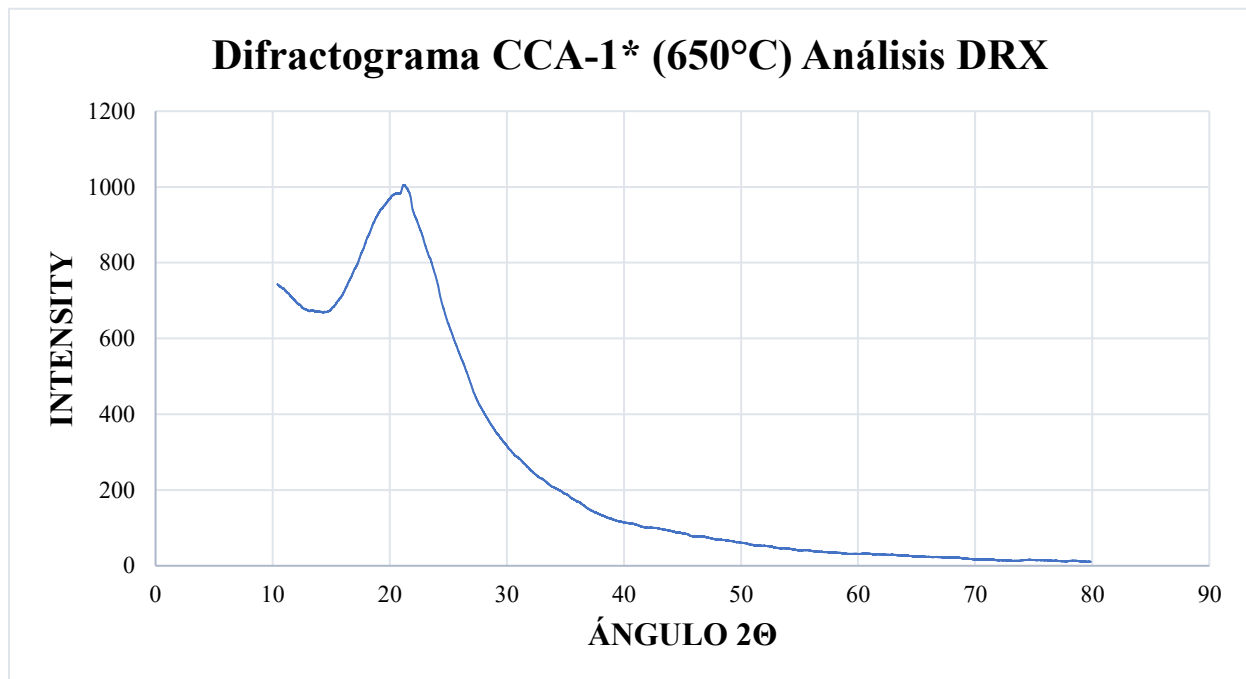
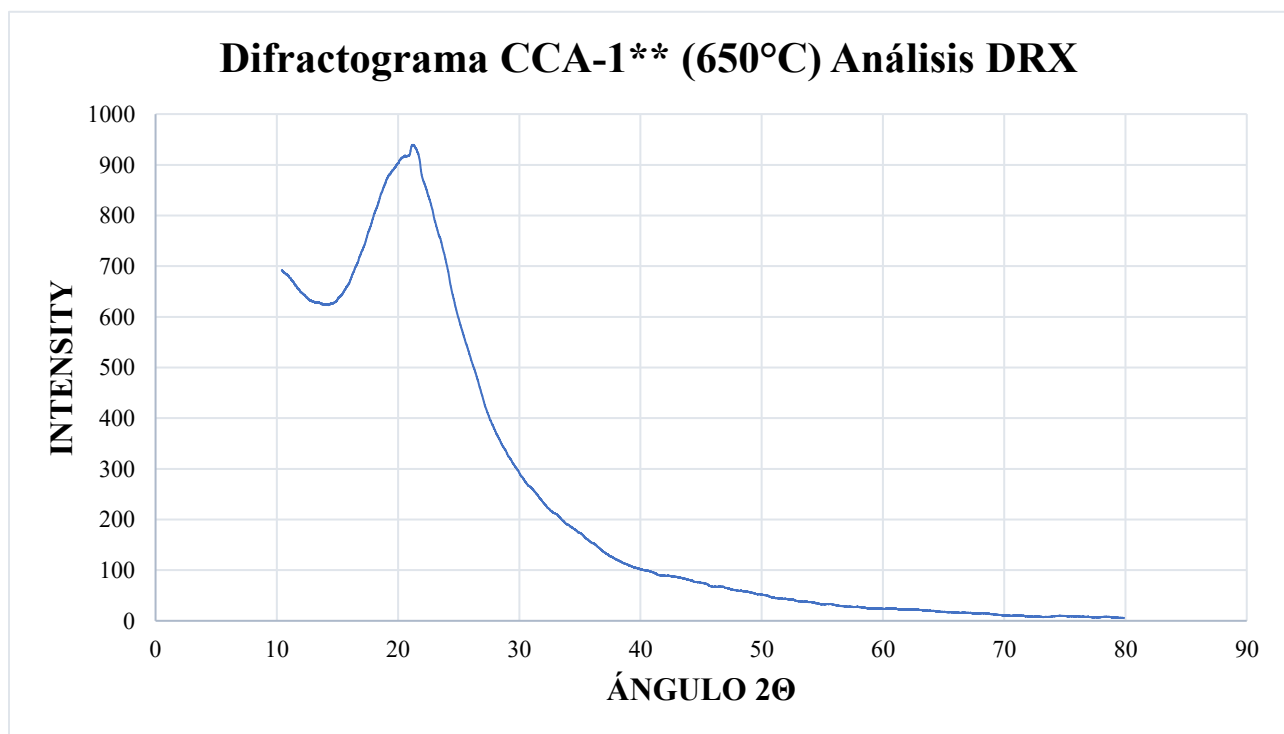


Figura 13

Tratamiento H: 650 °C a 700 RPM



Los patrones mantienen la naturaleza predominantemente amorfa del material, con el halo característico centrado en $2\theta \approx 20-22^\circ$. El halo observado a esta temperatura corresponde a un halo amorfo en transición, caracterizado por una banda aún ancha, pero con un máximo más estrecho e intenso que el observado a 600°C , sin alcanzar el nivel de definición que se manifestará a 700°C . Este tipo de halo indica que el material conserva su naturaleza amorfa, pero comienza a manifestar agrupaciones locales de tetraedros (SiO_4) con una disposición ligeramente más regular, evidenciando una etapa intermedia entre el desorden estructural completo y el inicio del reordenamiento a corto alcance. En comparación con las muestras calcinadas a 600°C , se aprecia una ligera intensificación y una definición más marcada del máximo del halo, particularmente a velocidades de molienda mayores. Este comportamiento es consistente con la cuantificación Rietveld, que evidencia una ligera disminución de la fracción amorfa respecto a 600°C , atribuible al inicio de procesos de reorganización estructural a escala local.

5.3.4 Muestras calcinadas a 700°C

Las figuras 14, 15 y 16 muestran los difractogramas de los tratamientos C, F y I, calcinados a 700°C a velocidades de 500, 600 y 700 RPM

Figura 14

Tratamiento C: 700°C a 500 RPM

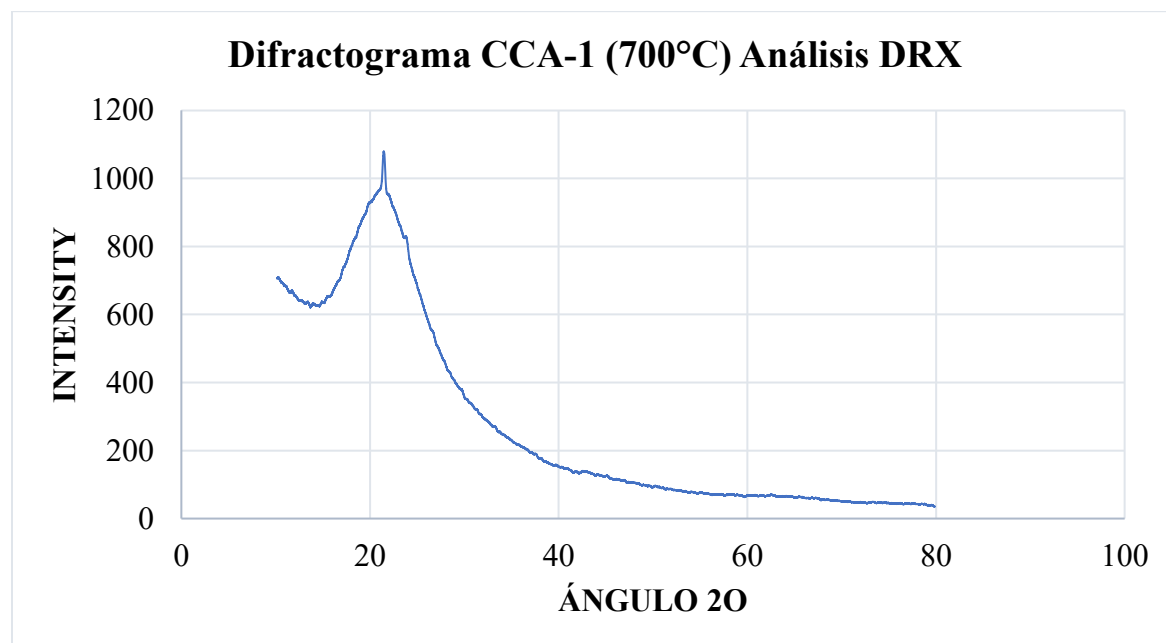


Figura 15

Tratamiento F: 700 °C a 600 RPM

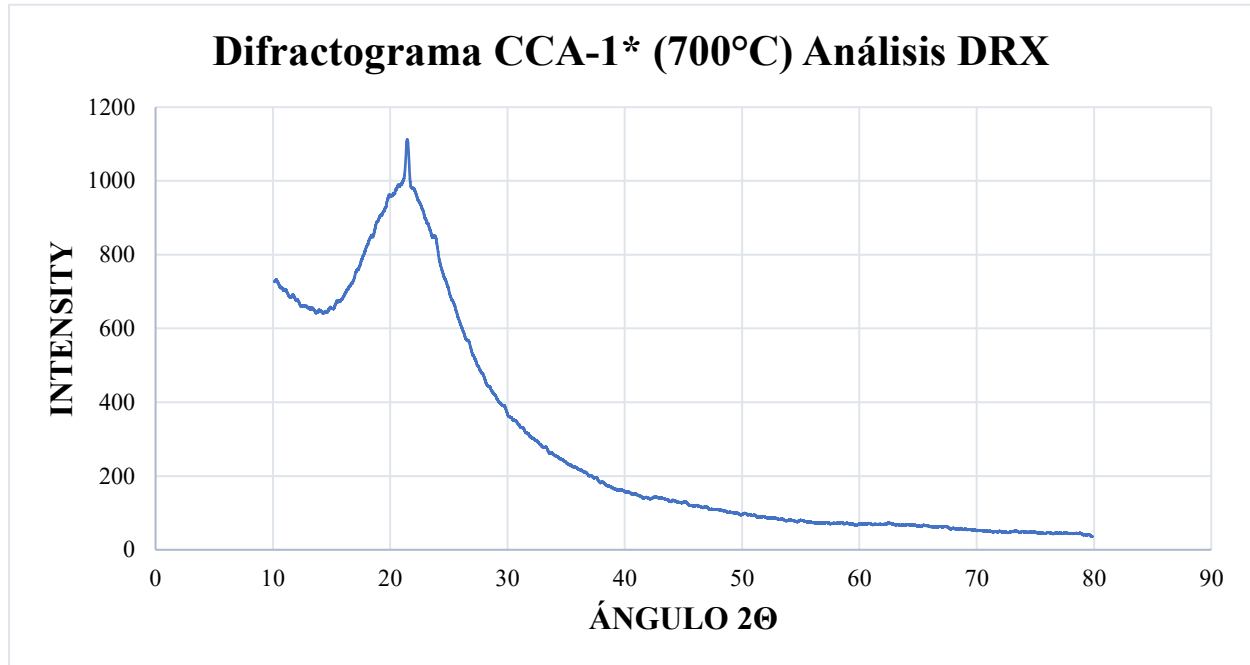
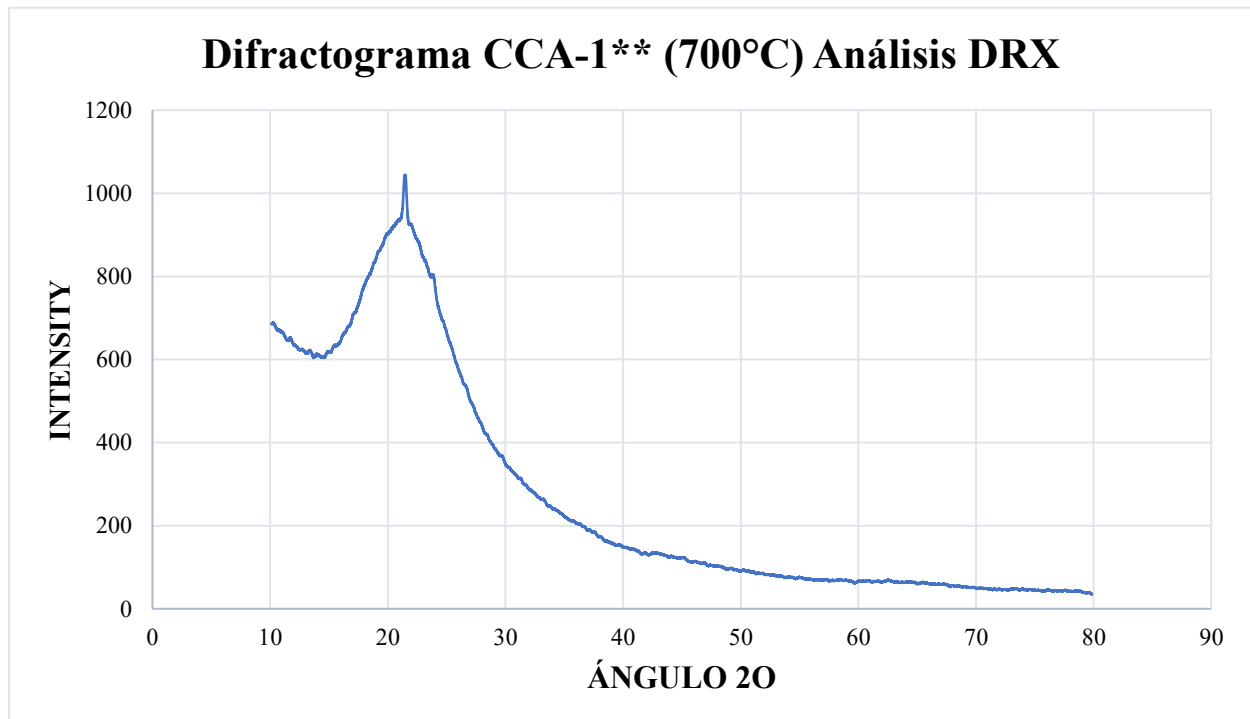


Figura 16

Tratamiento I: 700 °C a 700 RPM



Los difractogramas a 700 °C, siguen mostrando un perfil dominado por el halo amorfo, sin picos cristalinos bien resueltos. El halo observado a esta temperatura corresponde a un halo amorfo con

tendencia hacia el reordenamiento estructural, caracterizado por una banda con un máximo notablemente más estrecho, intenso y definido que los observados a 600 °C y 650 °C. Este tipo de halo indica que el material, si bien conserva su naturaleza amorfa desde el punto de vista cristalográfico, presenta agrupaciones locales de tetraedros (SiO_4) con una disposición más regular, sin llegar a constituir una red cristalina periódica de largo alcance, evidenciando la etapa más avanzada del reordenamiento estructural a corto alcance dentro del rango de temperaturas evaluadas. En esta temperatura se registra la mayor definición y la máxima intensidad del halo principal observadas en todo el estudio, alcanzando en el tratamiento I (700 °C / 700 RPM) una intensidad máxima cercana a 1400 en el halo principal. Esta mayor definición refleja la progresión del reordenamiento estructural de corto alcance inducido por la combinación de alta energía térmica y mecánica. En concordancia, el refinamiento Rietveld reporta las menores fracciones amorfas del estudio bajo estas condiciones (93–97 %), confirmando que la cristalización, aunque incipiente y no evidente visualmente, es cuantificable mediante el ajuste matemático del difractograma."

5.3.5 Síntesis del análisis estructural

En conjunto, los difractogramas evidencian que, bajo todas las condiciones evaluadas, la sílice obtenida a partir de cascarilla de arroz conserva una estructura mayoritariamente amorfa. La inspección visual no permite identificar fases cristalinas bien resueltas como cuarzo o cristobalita; sin embargo, el refinamiento Rietveld detecta una fracción cristalina incipiente cuya proporción aumenta con la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda. Esta evolución estructural se manifiesta visualmente como una mayor definición del máximo del halo amorfo, sin llegar a consolidarse como reflexiones cristalinas discretas. En la sección 5.5 se presentará un resumen comparativo del comportamiento estructural observado en los nueve tratamientos

5.4 Caracterización morfológica por SEM y TEM

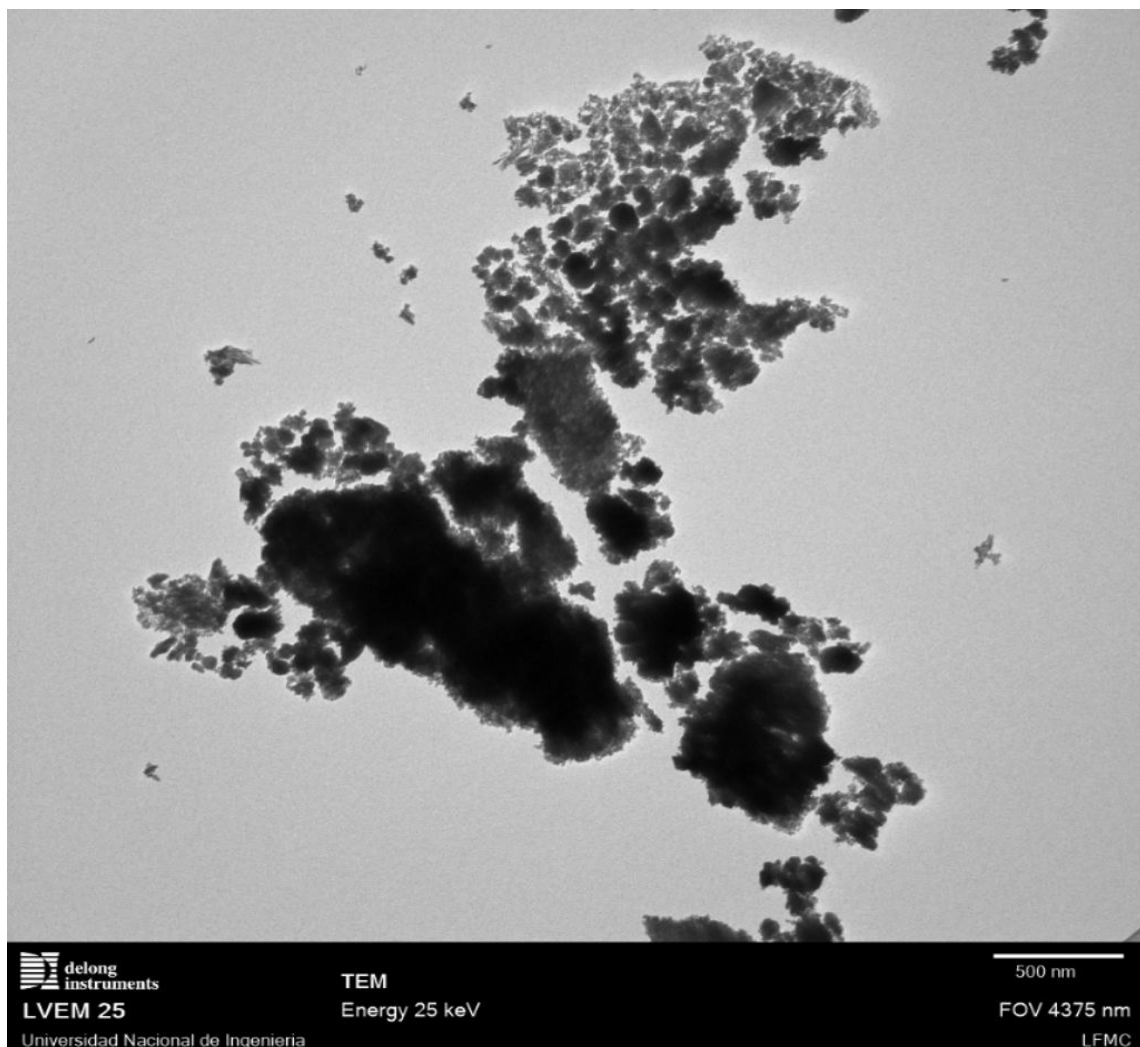
La figura 17 presenta la micrografía TEM correspondiente a una muestra representativa del tratamiento realizado a una temperatura de calcinación de 600 °C y una velocidad de molienda de 500 RPM. En esta condición experimental se efectuaron tres caracterizaciones independientes, obteniéndose tamaños promedio de partícula de 75.60 nm, 70.61 nm y 73.25 nm, lo que evidencia una adecuada reproducibilidad del proceso bajo los parámetros evaluados. En ese contexto, se

presenta una micrografía TEM representativa de la condición evaluada, seleccionada por ser consistente con los resultados promedio obtenidos. De este modo, se garantiza la coherencia entre la evidencia morfológica y los valores cuantitativos determinados.

Este mismo criterio fue aplicado para el conjunto de tratamientos evaluados, definidos por la combinación de temperaturas de calcinación (600, 650 y 700 °C) y velocidades de molienda (500, 600 y 700 RPM), asegurando la representatividad de los resultados experimentales en cada condición analizada.

Figura 17

Tratamiento A: Ceniza tratada a 600°C y 500 RPM



El análisis TEM correspondiente al Tratamiento A revela la presencia de partículas de sílice de morfología cuasi-esférica a ovalada, en la Tabla 6 se muestra que el tamaño promedio es de 75,6 nm calculado a partir de la medición de 21 partículas representativas. El rango de tamaños observado oscila entre 35 nm y 94 nm, con una desviación estándar aproximada de 13,5 nm y un coeficiente de variación de 17,9%, lo que indica una dispersión moderada del tamaño de partícula. La distribución es unimodal, concentrándose el 52,4% de las partículas medidas en el intervalo de 71 a 80 nm.

Se evidencia una marcada tendencia a la aglomeración, formando cúmulos densos producto de las interacciones de Van der Waals y los puentes de hidrógeno entre los grupos silanol (Si-OH) presentes en la superficie de las nanopartículas, fenómeno característico de la sílice amorfa de alta área superficial. La ausencia de bordes facetados o geometrías definidas en las partículas individuales es consistente con la naturaleza amorfa previamente confirmada por DRX, ya que un material cristalino exhibiría contornos angulares correspondientes a planos cristalográficos preferenciales.

Estos resultados confirman que la combinación de calcinación a 600°C y molienda a 500 RPM logra reducir la sílice obtenida de la cascarilla de arroz hasta la escala nanométrica, aunque la energía mecánica aplicada resulta insuficiente para impedir la re-aglomeración de las partículas, aspecto que tiene implicancia directa en su posterior dispersabilidad en aplicaciones industrial

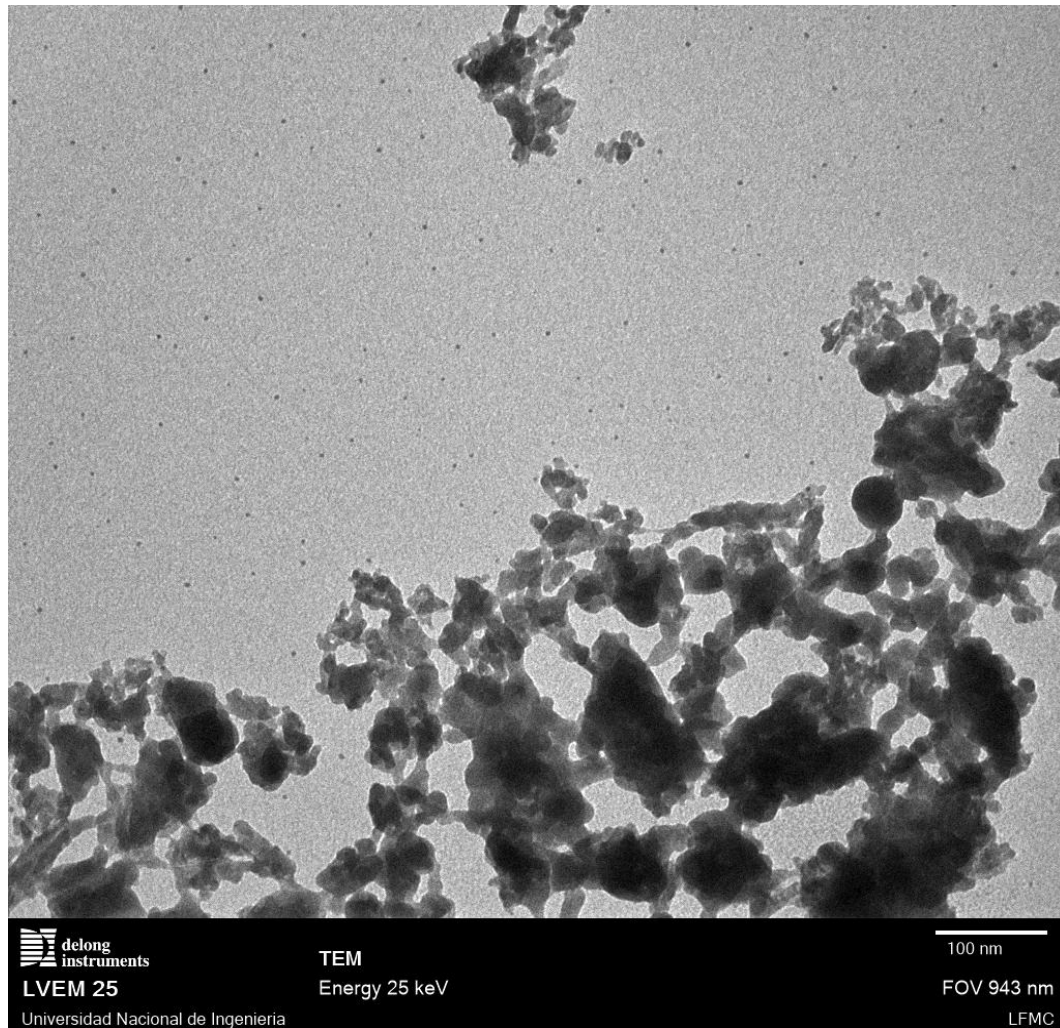
Tabla 6

Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento A (600 °C, 500 RPM). Promedio de Tamaños

Nº	Tamaño promedio (nm)
<i>1</i>	<i>88</i>
<i>2</i>	<i>75</i>
<i>3</i>	<i>38</i>
<i>4</i>	<i>35</i>
<i>5</i>	<i>90</i>
<i>6</i>	<i>88</i>
<i>7</i>	<i>68</i>
<i>8</i>	<i>75</i>
<i>9</i>	<i>71</i>
<i>10</i>	<i>75</i>
<i>11</i>	<i>75</i>
<i>12</i>	<i>85</i>
<i>13</i>	<i>71</i>
<i>14</i>	<i>90</i>
<i>15</i>	<i>71</i>
<i>16</i>	<i>88</i>
<i>17</i>	<i>81</i>
<i>18</i>	<i>70</i>
<i>19</i>	<i>94</i>
<i>20</i>	<i>86</i>
<i>21</i>	<i>74</i>
<i>Promedio</i>	<i>75,6 nm</i>

Figura 18

Tratamiento D: Ceniza tratada a 600°C y 600 RPM



Los tamaños individuales de partícula determinados para la muestra del Tratamiento D se presentan en la Tabla 7, donde se observa una distribución comprendida entre 22 y 54 nm, con un tamaño promedio de 34,8 nm. La micrografía obtenida mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM, equipo LVEM 25, 25 keV) revela la coexistencia de dos poblaciones de partículas diferenciadas: una población fina (22–26 nm) dispersa en zonas claras de la imagen, y una población intermedia (37–54 nm) asociada a regiones de aglomeración. Esta distribución bimodal sugiere que, a 600 RPM, la energía mecánica aportada por el molino planetario no actúa de manera uniforme sobre todas las partículas, lo que produce una conminución parcial del material.

Las partículas individuales muestran una morfología cuasi-esférica con bordes irregulares, característica típica de la sílice amorfa obtenida por molienda mecánica, donde la fractura ocurre por impacto y fricción entre las bolas del molino y el material. Asimismo, se evidencia una marcada tendencia a la aglomeración, observable en las zonas más oscuras de la micrografía, donde múltiples nanopartículas se agrupan formando estructuras densas. Este comportamiento es coherente con la elevada área superficial específica esperable para nanopartículas de SiO₂ y con las fuerzas de Van der Waals que predominan a escala nanométrica. El contraste de densidad electrónica observado en la imagen (zonas claras correspondientes a partículas finas dispersas y zonas oscuras a aglomerados) es además consistente con la naturaleza predominantemente amorfa del material, confirmada previamente mediante difracción de rayos X (DRX).

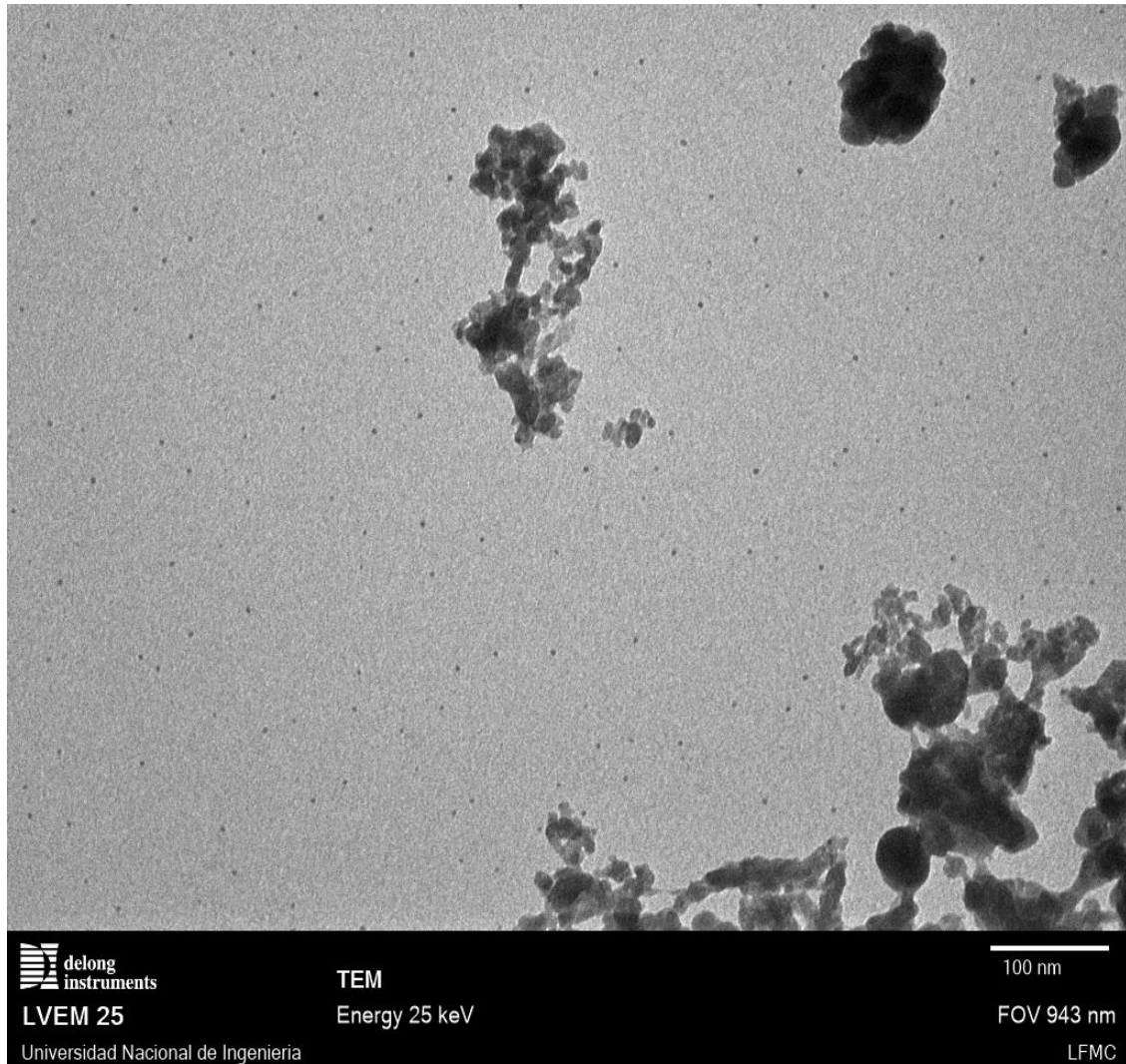
Tabla 7

Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento D (600 °C, 600 RPM). Promedio de Tamaños

N°	Tamaño promedio (nm)
1	24
2	26
3	48
4	54
5	23
6	50
7	37
8	39
9	25
10	22
Promedio	34,8 nm

Figura 19

Tratamiento G: Ceniza tratada a 600°C y 700 RPM



Los tamaños individuales de partícula determinados para este tratamiento se presentan en la Tabla 8, donde se observa una distribución comprendida entre 11 y 45 nm, con un tamaño promedio de 20,25 nm. La micrografía obtenida mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM, equipo LVEM 25, 25 keV) revela una reducción significativa del tamaño de partícula respecto a tratamientos con menor velocidad de molienda, evidenciando la influencia directa del incremento de la energía mecánica sobre la eficiencia del proceso de conminución. La combinación de una temperatura intermedia de calcinación (650 °C) con la velocidad máxima de molienda evaluada

(700 RPM) favorece simultáneamente la liberación de la sílice del residuo carbonáceo y su posterior fragmentación a escala nanométrica.

Resulta destacable la aparición de partículas ultrafinas en el rango de 11 a 14 nm, las cuales corresponden al régimen nanométrico inferior y se distribuyen de manera dispersa en las zonas claras de la imagen, lo que evidencia una buena separación post-molienda. La distribución observada es más homogénea que en tratamientos a menor velocidad, concentrándose la mayoría de las partículas individuales en el rango de 15 a 25 nm, con solo un valor superior atípico de 45 nm. Este comportamiento sugiere que el incremento simultáneo de la temperatura y la velocidad de molienda no solo reduce el tamaño promedio, sino que también mejora la uniformidad granulométrica del producto final.

Las partículas individuales, presentan una morfología cuasi-esférica con bordes más regulares que los observados en el Tratamiento D, característica que se interpreta como resultado de la fricción continua durante la molienda de alta energía, la cual contribuye al pulido superficial de las partículas. Si bien persiste cierta tendencia a la aglomeración (visible en las zonas oscuras superior derecha e inferior central), los aglomerados se presentan más compactos, pero menos extensos que en tratamientos a menor velocidad, lo que indica una mejor desaglomeración general del material. Estos resultados son coherentes con la naturaleza predominantemente amorfa del SiO_2 confirmada mediante DRX, y reafirman que el incremento de la velocidad de molienda constituye un factor determinante en la obtención de partículas de menor tamaño y mejor distribución granulométrica.

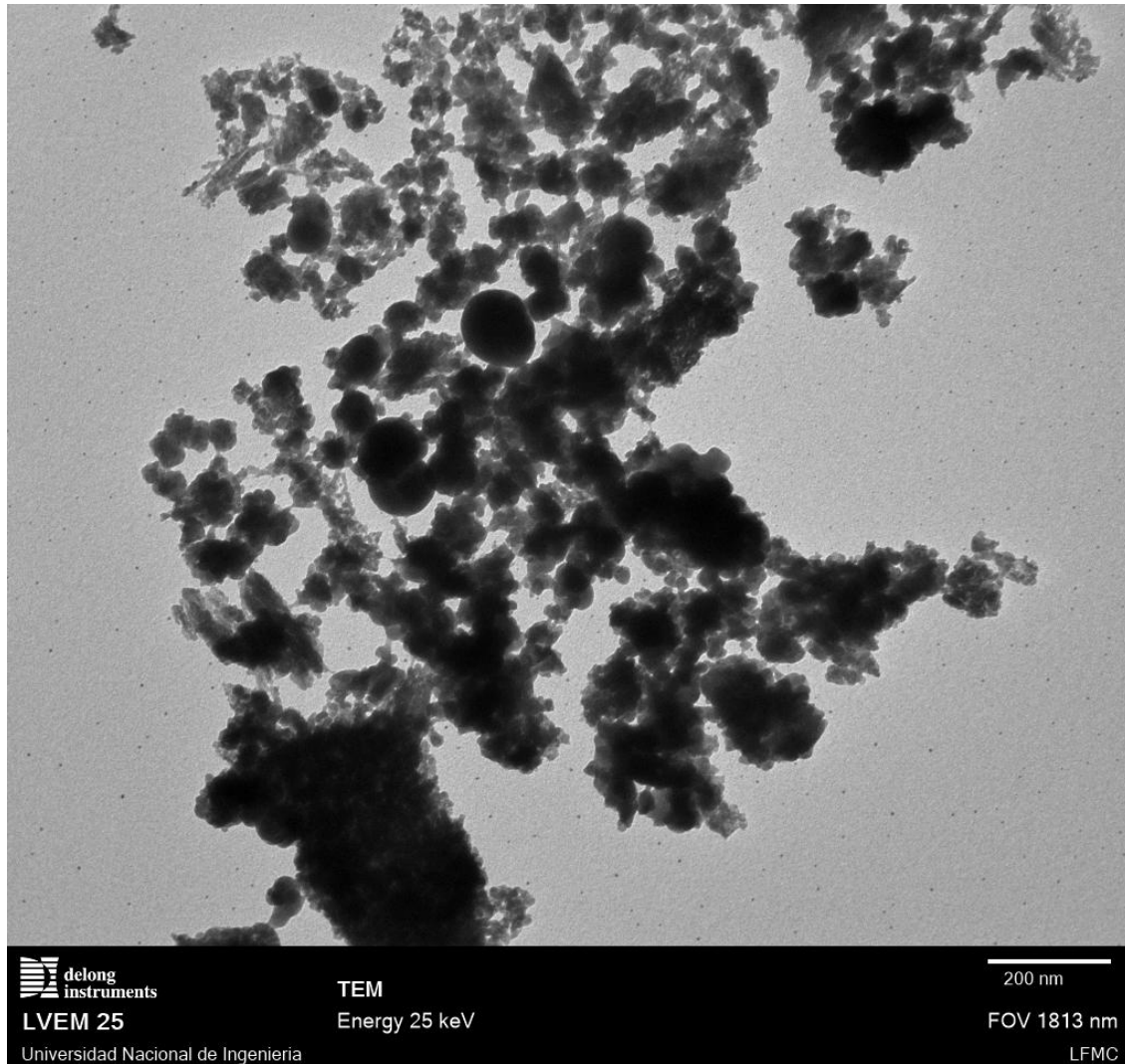
Tabla 8

Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento G (600 °C, 700 RPM). Promedio de Tamaños

N°	Tamaño promedio (nm)
1	24
2	11
3	23
4	11
5	21
6	17
7	15
8	16
9	22
10	24
11	14
12	45
Promedio	20.25 nm

Figura 20

Tratamiento B: Ceniza tratada a 650°C y 500 RPM



Los tamaños individuales de partícula determinados para este tratamiento se presentan en la tabla correspondiente, observándose una distribución entre 41 y 103 nm, con un tamaño promedio de 62.3 nm. En comparación con el tratamiento a 600 °C y 500 RPM, se evidencia una ligera disminución del tamaño promedio, lo que sugiere que el incremento de la temperatura de calcinación influye parcialmente en la reducción granulométrica. Este efecto puede atribuirse a modificaciones estructurales del material que favorecen su fragmentación durante la molienda. Sin embargo, se mantiene una dispersión relativamente amplia en los tamaños, con presencia de partículas de mayor dimensión. Esta variabilidad indica la coexistencia de mecanismos de fractura

y aglomeración secundaria, fenómeno asociado a la elevada energía superficial de las partículas. En conjunto, los resultados evidencian una influencia moderada de la temperatura de calcinación bajo condiciones de molienda constante.

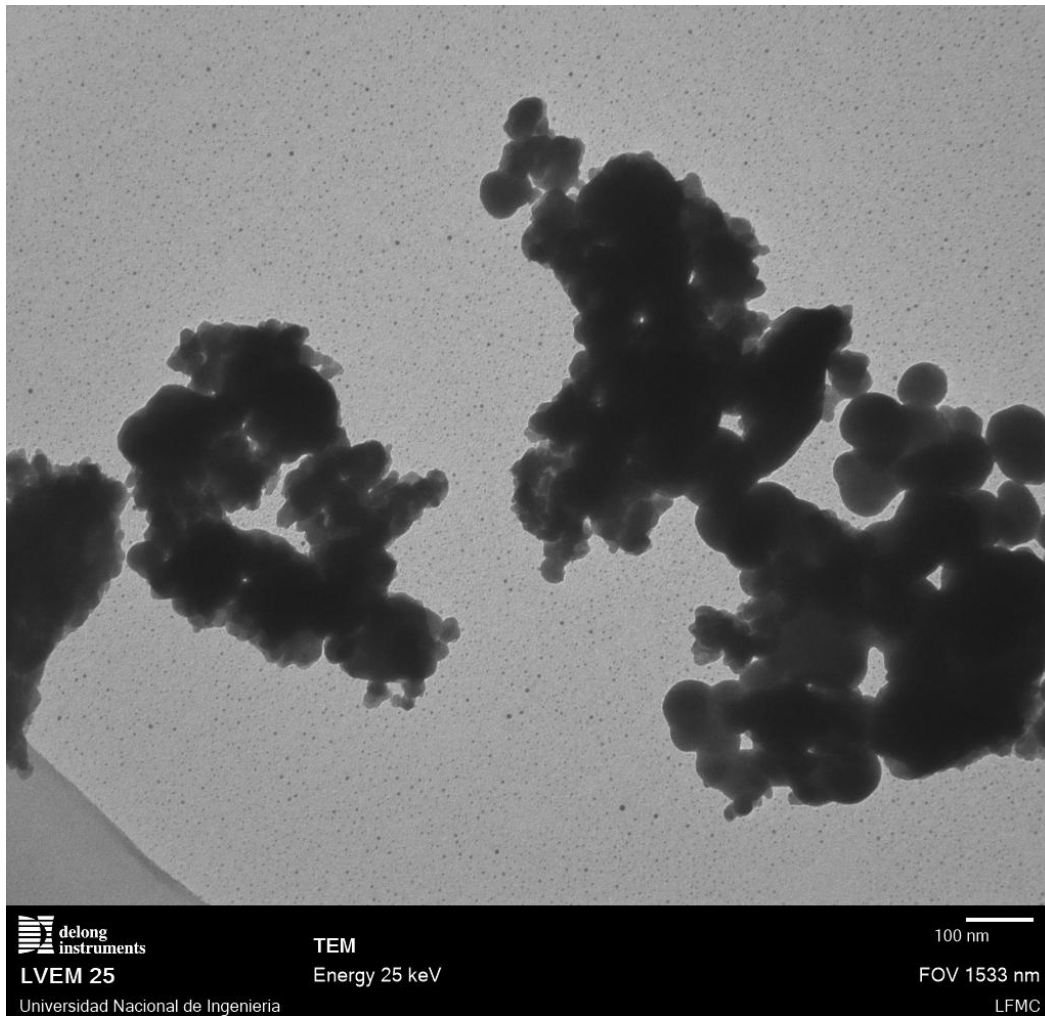
Tabla 9

Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento B (650 °C, 500 RPM). Promedio de Tamaños

N°	Tamaño promedio (nm)
1	51
2	50
3	48
4	86
5	55
6	73
7	59
8	103
9	56
10	42
11	51
12	88
13	97
14	51
15	88
16	49
17	55
18	41
19	51
20	52
Promedio	62.3 nm

Figura 21

Tratamiento E: Ceniza tratada a 650°C y 600 RPM



Los tamaños individuales de partícula determinados para este tratamiento se presentan en la tabla correspondiente, evidenciándose una distribución entre 33 y 98 nm, con un tamaño promedio de 55.53 nm. En comparación con el tratamiento a 650 °C y 500 RPM, se observa una reducción del tamaño promedio, lo que confirma la influencia de la mayor velocidad de molienda en la eficiencia del proceso de conminución. Este comportamiento se atribuye al incremento de la energía mecánica impartida, favoreciendo la fragmentación de las partículas. Asimismo, se aprecia una distribución de tamaños relativamente más homogénea, aunque aún se presentan partículas de mayor dimensión. Esta dispersión sugiere la coexistencia de mecanismos de fractura y aglomeración secundaria, fenómeno característico en materiales con elevada energía superficial.

En conjunto, los resultados evidencian que el aumento de la velocidad de molienda contribuye a la reducción del tamaño de partícula, incluso a temperaturas de calcinación intermedias.

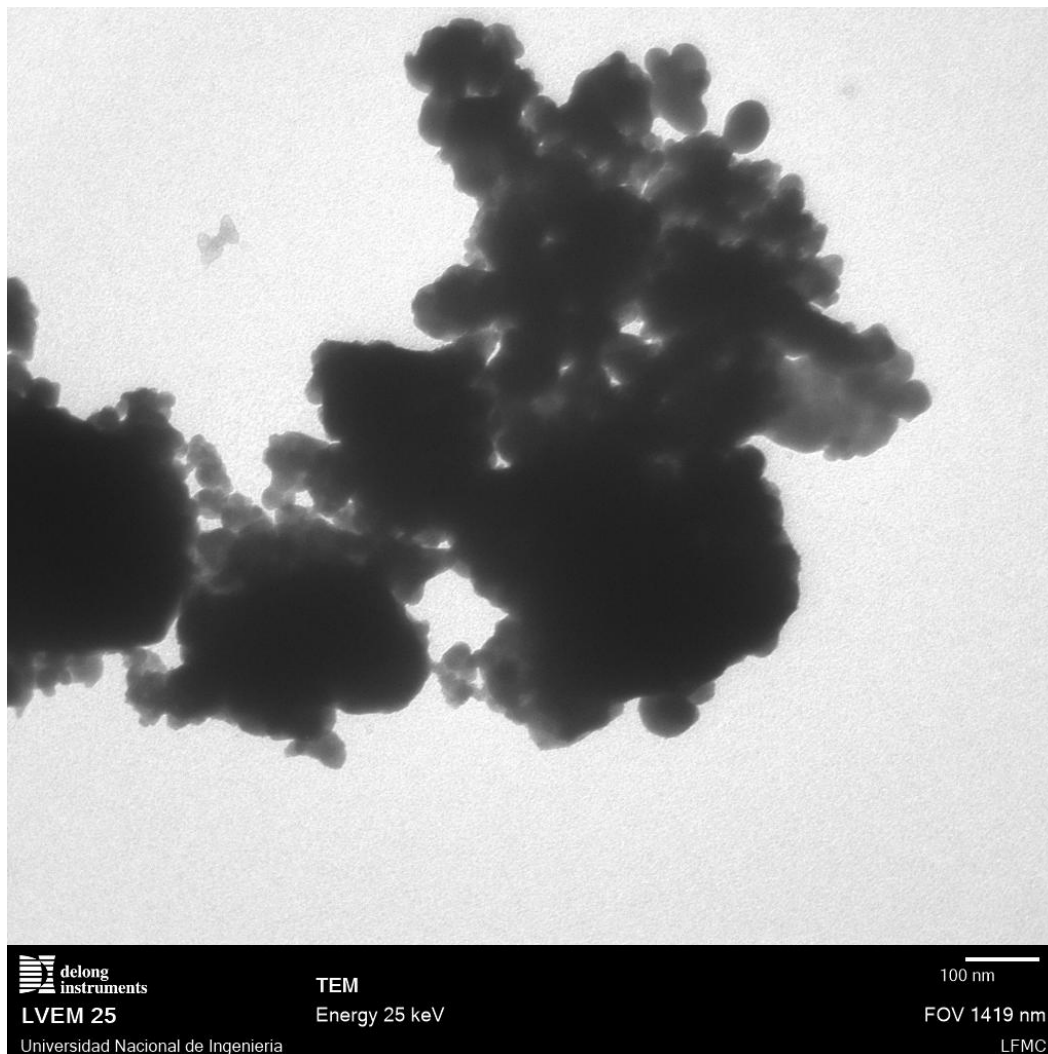
Tabla 10

Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento E (650 °C, 600 RPM). Promedio de Tamaños

N°	Tamaño promedio (nm)
1	52
2	70
3	39
4	63
5	53
6	52
7	49
8	34
9	34
10	36
11	68
12	98
13	61
14	33
15	91
Promedio	55.53 nm

Figura 22

Tratamiento H: Ceniza tratada a 650°C y 700 RPM



Los tamaños individuales de partícula determinados para este tratamiento se presentan en la Tabla 11, observándose una distribución entre 29 y 98 nm, con un tamaño promedio de 55 nm. En comparación con el tratamiento a 650 °C y 600 RPM, no se evidencia una reducción significativa del tamaño promedio, lo que sugiere la posible existencia de un límite en la eficiencia de la molienda bajo estas condiciones. Este comportamiento puede atribuirse a la competencia entre los mecanismos de fractura y aglomeración secundaria, los cuales tienden a equilibrarse a mayores velocidades de molienda. Asimismo, la presencia de partículas de mayor tamaño indica que no todas las partículas experimentan una fragmentación uniforme. En conjunto, los resultados evidencian que, si bien el incremento de la velocidad de molienda favorece la reducción de tamaño, también puede inducir fenómenos de agregación que limitan la disminución efectiva del tamaño de partícula.

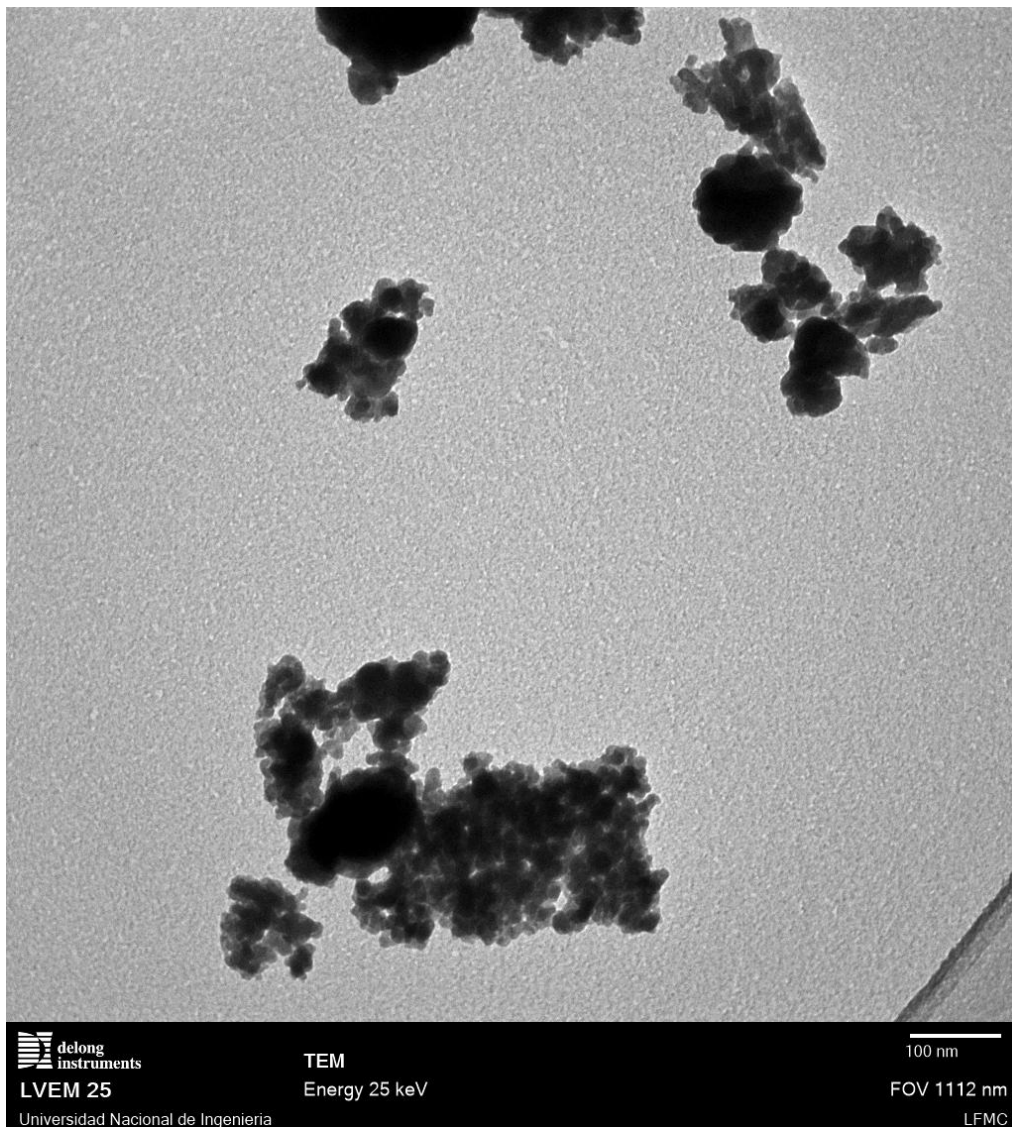
Tabla 11

Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento H (650 °C, 700 RPM). Promedio de Tamaños

N°	Tamaño promedio (nm)
1	48
2	49
3	58
4	53
5	48
6	90
7	49
8	65
9	32
10	98
11	29
12	47
13	49
Promedio	55 nm

Figura 23

Tratamiento C: Ceniza tratada a 700°C y 500 RPM



Los tamaños individuales de partícula determinados para este tratamiento se presentan en la Tabla 12, observándose una distribución entre 20 y 43 nm, con un tamaño promedio de 26.42 nm. En comparación con los tratamientos a 600 y 650 °C a la misma velocidad de molienda (500 RPM), se evidencia una reducción significativa del tamaño de partícula, lo que indica una marcada influencia de la temperatura de calcinación en la estructura del material. Este comportamiento puede atribuirse a una mayor fragilidad del material calcinado, facilitando su fragmentación durante la molienda. Asimismo, se observa una distribución relativamente homogénea, con menor presencia de partículas de gran tamaño. La ligera variabilidad en los tamaños puede asociarse a interacciones entre partículas propias de sistemas a escala

nanométrica. En conjunto, los resultados evidencian que el incremento de la temperatura de calcinación favorece significativamente la reducción del tamaño de partícula bajo condiciones de molienda constante.

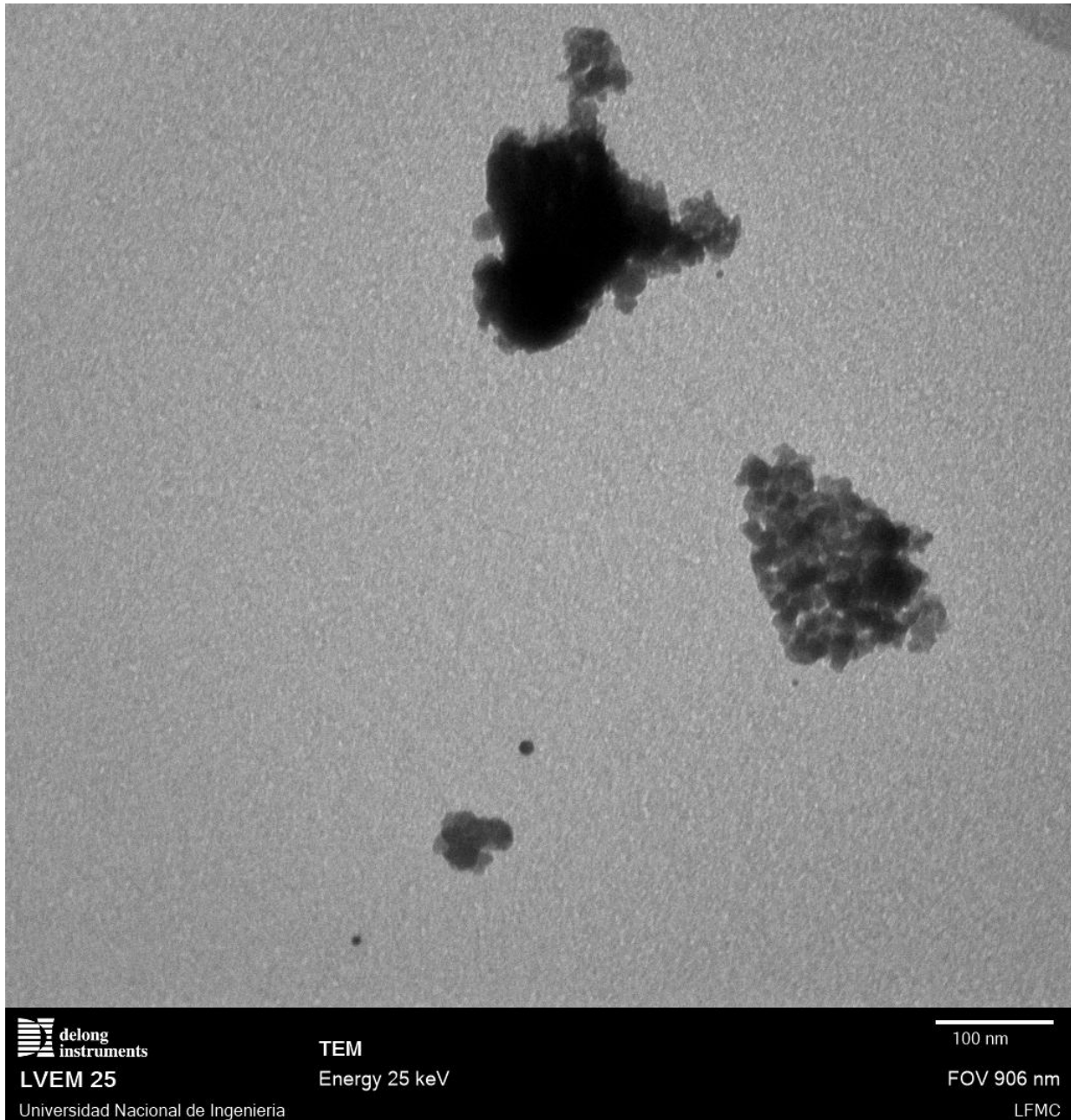
Tabla 12

Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento C (700 °C, 500 RPM). Promedio de Tamaños

N°	Tamaño promedio (nm)
1	27
2	24
3	22
4	25
5	43
6	33
7	31
8	27
9	25
10	23
11	20
12	26
13	24
14	23
Promedio	26.42 nm

Figura 24

Tratamiento F: Ceniza tratada a 700°C y 600 RPM



Los tamaños individuales de partícula determinados para este tratamiento se presentan en la tabla correspondiente, observándose una distribución entre 18 y 38 nm, con un tamaño promedio de 23.4 nm. En comparación con el tratamiento a 700 °C y 500 RPM, se evidencia una ligera reducción del tamaño promedio, lo que confirma la influencia de la mayor velocidad de molienda en la eficiencia del proceso. Este comportamiento se atribuye al incremento de la energía mecánica impartida, favoreciendo una

fragmentación más efectiva de las partículas. Asimismo, se observa una distribución relativamente homogénea, con predominio de tamaños en el rango nanométrico fino. La presencia de algunas partículas de mayor dimensión sugiere variaciones locales en el proceso de ruptura. En conjunto, los resultados evidencian que el aumento de la velocidad de molienda contribuye a optimizar la reducción de tamaño bajo condiciones de alta temperatura de calcinación.

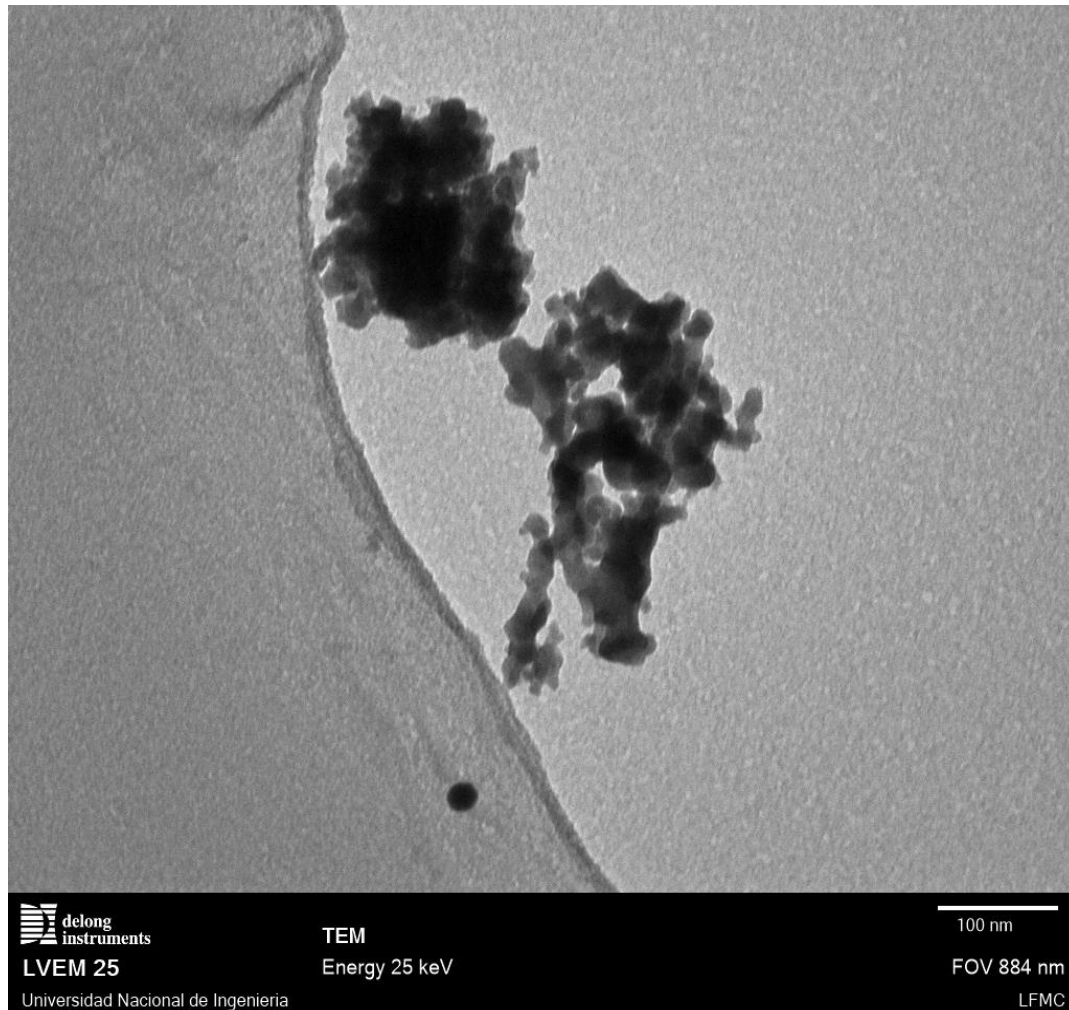
Tabla 13

Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento F (700 °C, 600 RPM). Promedio de Tamaños

N°	Tamaño promedio (nm)
1	20
2	25
3	23
4	22
5	18
6	22
7	21
8	38
9	19
10	26
Promedio	23.4nm

Figura 25

Tratamiento I: Ceniza tratada a 700°C y 700 RPM



Los tamaños individuales de partícula determinados para este tratamiento se presentan en la Tabla 14, observándose una distribución entre 17 y 26 nm, con un tamaño promedio de 22.6 nm. En comparación con los tratamientos a 700 °C y menores velocidades de molienda, se aprecia una reducción leve del tamaño promedio, lo que indica que el incremento de la velocidad de molienda sigue contribuyendo a la fragmentación del material. Sin embargo, la disminución es menos pronunciada, lo que sugiere la proximidad a un límite en la eficiencia de reducción de tamaño bajo estas condiciones. Asimismo, se observa una distribución relativamente uniforme, con predominio de partículas en el rango nanométrico fino. La baja dispersión de tamaños refleja una mayor estabilidad en el proceso de molienda. En conjunto, los resultados evidencian que la combinación

de alta temperatura y alta velocidad permite obtener partículas de tamaño reducido con distribución homogénea.

Tabla 14

Tamaños individuales de partícula del SiO₂ medidos por TEM para el Tratamiento I (700 °C, 700 RPM). Promedio de Tamaños

<i>N°</i>	<i>Tamaño promedio (nm)</i>
<i>1</i>	<i>25</i>
<i>2</i>	<i>25</i>
<i>3</i>	<i>19</i>
<i>4</i>	<i>26</i>
<i>5</i>	<i>23</i>
<i>6</i>	<i>25</i>
<i>7</i>	<i>25</i>
<i>8</i>	<i>17</i>
<i>9</i>	<i>21</i>
<i>10</i>	<i>25</i>
<i>11</i>	<i>21</i>
<i>12</i>	<i>19</i>
<i>Promedio</i>	<i>22.6 nm</i>

En conjunto, el análisis por TEM confirma que la velocidad de molienda es un factor principal en la reducción del tamaño de partícula, mientras que la temperatura de calcinación facilita este proceso al generar una estructura más frágil. La disminución progresiva desde ~75.6 nm (600 °C–500 RPM) hasta ~22.6 nm (700 °C–700 RPM) evidencia una acción combinada entre ambas variables. Sin embargo, a condiciones más severas se observa que la reducción de tamaño ya no es tan significativa, lo que indica que el proceso se acerca a un límite en su capacidad de disminución. Este comportamiento sugiere un equilibrio entre la fragmentación de partículas y su interacción entre sí. En consecuencia, la combinación de alta temperatura y alta velocidad permite obtener partículas más pequeñas y uniformes, aunque sin reducciones importantes adicionales.

5.5 Proporción de sílice en fase amorfa (%)

En la Tabla 15 se presentan los resultados de la proporción de sílice en fase amorfa obtenida para cada uno de los nueve tratamientos del diseño experimental factorial 3^2 , correspondientes a las combinaciones de temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) y velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM), con tres repeticiones por tratamiento, conforme a lo descrito en la sección de metodología.

Tabla 15

Proporción de sílice en fase amorfa (%) en función de la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) y la velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM).

Velocidad de molienda	Réplica	600 °C	650 °C	700 °C
700 RPM	1	96.03%	95.34%	93.00%
	2	95.95%	95.66%	93.41%
	3	96.11%	94.89%	93.02%
600 RPM	1	97.86%	96.22%	95.01%
	2	97.21%	96.74%	94.98%
	3	98.01%	96.54%	95.29%
500 RPM	1	99.97%	98.21%	96.92%
	2	99.95%	98.45%	96.74%
	3	99.94%	98.64%	96.58%

Nota. La cuantificación de la fracción amorfa fue realizada por el personal técnico del Laboratorio de Física de la Universidad Nacional de Ingeniería mediante el método de refinamiento Rietveld aplicado a los difractogramas experimentales, empleando el software especializado del equipo de difracción.

En la Tabla 15 se presentan los resultados de la proporción de sílice en fase amorfa obtenida bajo diferentes condiciones de velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM) y temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C), con tres réplicas por tratamiento. Los valores obtenidos evidencian una alta reproducibilidad entre réplicas, con variaciones menores al 1% en todas las condiciones evaluadas, lo que confirma la confiabilidad del procedimiento experimental.

Se observa que la mayor proporción de sílice en fase amorfa se obtuvo a una velocidad de molienda de 500 RPM y una temperatura de calcinación de 600 °C, alcanzando valores entre 99.94% y 99.97%, con un promedio de 99.95%. Por el contrario, la menor proporción de sílice amorfa se registró a 700 RPM y 700 °C, con valores entre 93.00% y 93.41%, equivalente a un promedio de 93.14%.

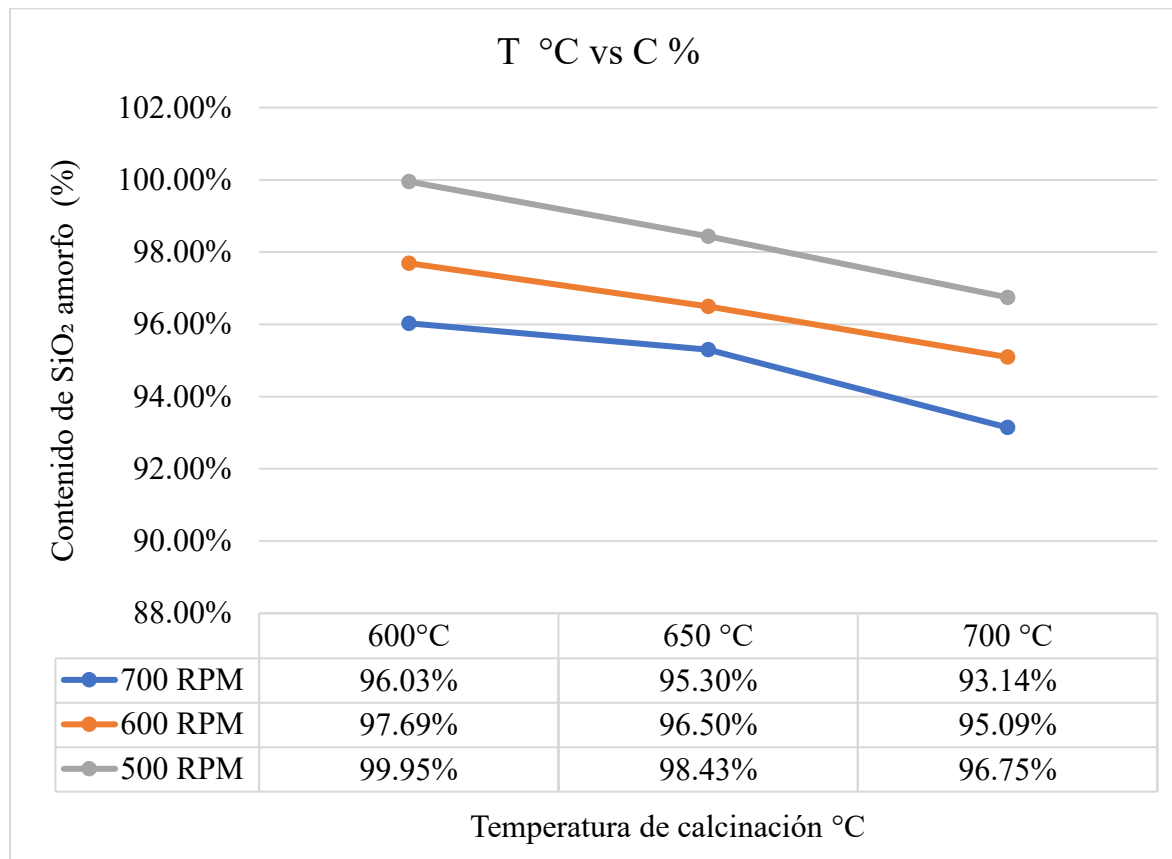
Respecto al efecto de la temperatura de calcinación, se evidencia una tendencia decreciente en la proporción de sílice amorfa a medida que aumenta la temperatura. Por ejemplo, a 500 RPM la proporción disminuye de 99.95% (600 °C) a 96.75% (700 °C), lo que representa una reducción aproximada del 3.2%. Este comportamiento sugiere que a temperaturas más elevadas se favorece la cristalización de la sílice, ocasionando una transformación parcial de la fase amorfa hacia fases cristalinas como la cristobalita o cuarzo alfa o beta.

En cuanto al efecto de la velocidad de molienda, se observa que a mayor velocidad (700 RPM), la proporción de sílice amorfa disminuye en comparación con velocidades menores (500 RPM). A 600 °C, por ejemplo, la proporción se reduce de 99.95% (500 RPM) a 96.03% (700 RPM). Esta disminución se asocia al incremento de la energía de impacto entre los medios de molienda y las partículas, lo que produce una transferencia de energía mecánica capaz de generar calor localizado y deformaciones en la red atómica del material, promoviendo así la transición de la fase amorfa hacia fases cristalinas más estables termodinámicamente.

En conjunto, los resultados indican que las condiciones óptimas para preservar la mayor proporción de sílice en fase amorfa corresponden a una velocidad de molienda de 500 RPM y una temperatura de calcinación de 600 °C, condiciones bajo las cuales se obtiene una sílice con alto potencial.

Figura 26

Efecto de la temperatura de calcinación sobre la proporción de sílice en fase amorfa (%) a diferentes velocidades de molienda.

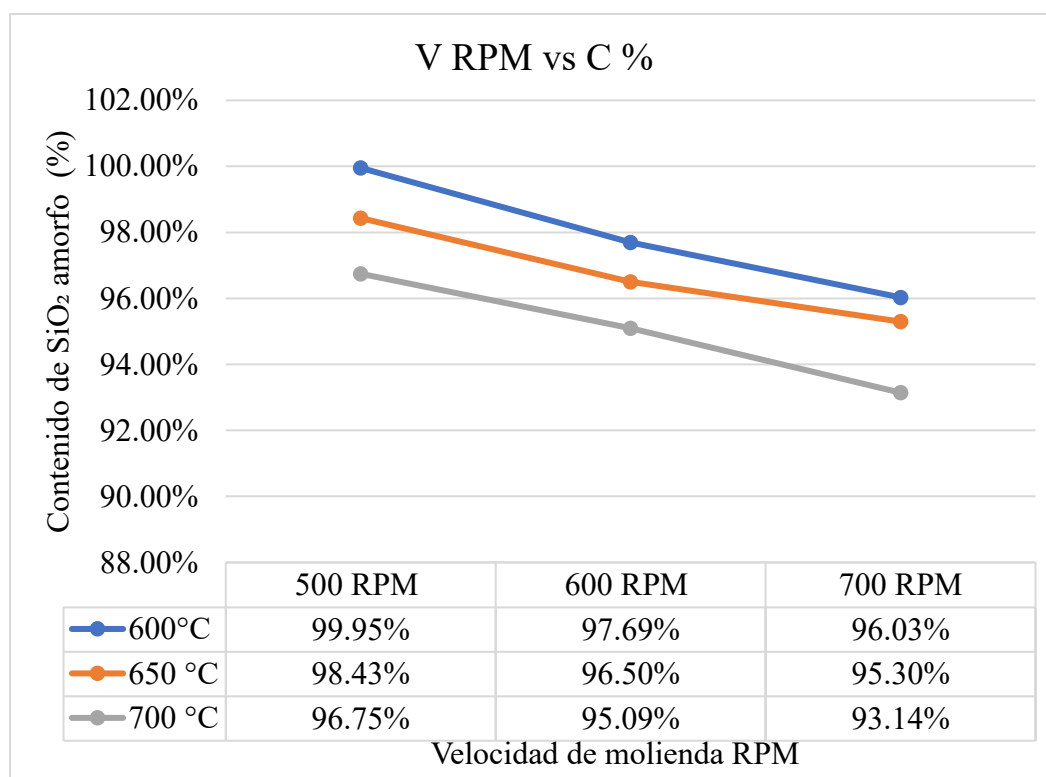


El la Figura 26 muestra la variación del contenido de sílice en fase amorfa en función de la temperatura de calcinación para diferentes velocidades de molienda (500, 600 y 700 RPM). En general, se observa una disminución progresiva del porcentaje de sílice amorfa a medida que aumenta la temperatura de 600 a 700 °C en todas las condiciones evaluadas, lo que sugiere una transformación parcial hacia fases cristalinas a temperaturas más elevadas. Asimismo, se evidencia que menores velocidades de molienda favorecen una mayor proporción de sílice amorfa, destacando la condición de 500 RPM, la cual presenta los valores más altos en todo el rango de temperaturas evaluadas (entre 99.95% y 96.75%). Por el contrario, a 700 RPM se obtienen los menores contenidos de fase amorfa (entre 96.03% y 93.14%), lo que se atribuye a que el incremento en la velocidad de molienda aumenta la energía cinética de impacto entre los cuerpos moledores y las partículas de sílice, generando una elevación puntual de temperatura en los puntos

de colisión, así como deformaciones plásticas y microfracturas en la estructura del material, fenómenos que pueden inducir reordenamientos atómicos y favorecer la nucleación de fases cristalinas. Este comportamiento confirma que tanto la temperatura de calcinación como la velocidad de molienda actúan de manera inversa sobre la preservación de la fase amorfa, siendo las condiciones más suaves (500 RPM y 600 °C) las que permiten obtener la mayor proporción de sílice amorfa.

Figura 27

Efecto de la velocidad de molienda sobre la proporción de sílice en fase amorfa (%) a diferentes temperaturas de calcinación



En la Figura 27, presenta la relación entre la velocidad de molienda y el contenido de sílice en fase amorfa para las distintas temperaturas de calcinación evaluadas (600, 650 y 700 °C). Se observa una tendencia común en todos los casos, en la cual el porcentaje de sílice amorfa aumenta a medida que disminuye la velocidad de molienda de 700 a 500 RPM. Este comportamiento indica que velocidades de molienda más bajas favorecen la preservación de la fase amorfa, lo cual se atribuye a que, a menores velocidades, la energía cinética de impacto entre los cuerpos molidores y las

partículas de sílice es menor, reduciendo la elevación puntual de temperatura en los puntos de colisión, así como las deformaciones plásticas y microfracturas en la estructura del material, fenómenos que a altas velocidades pueden inducir reordenamientos atómicos y favorecer la nucleación de fases cristalinas. Asimismo, se aprecia que, para una misma velocidad de molienda, las temperaturas de calcinación más bajas presentan mayores contenidos de sílice amorfa, siendo 600 °C la condición más favorable, mientras que a 700 °C se evidencia una disminución marcada, asociada a la transformación parcial de la fase amorfa hacia fases cristalinas. En conjunto, los resultados evidencian que tanto la velocidad de molienda como la temperatura de calcinación influyen de manera directa sobre la proporción de sílice amorfa, siendo las condiciones más suaves (500 RPM y 600 °C) las que permiten obtener los mayores contenidos de SiO₂ en fase amorfa.

5.6 Tamaño de partícula del SiO₂ (nm)

Tabla 16

Tamaño de partícula del SiO₂ (nm) en función de la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) y la velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM).

		Temperatura de calcinación		
		600 °C	650 °C	700 °C
Velocidad de molienda	500 RPM	75.60nm	62.30nm	26.42nm
		70.61nm	67.21nm	28.31nm
		73.25nm	60.65nm	26.84nm
	600 RPM	34.80nm	55.53nm	23.40nm
		32.76nm	55.83nm	25.74nm
		33.75nm	56.31nm	24.71nm
	700 RPM	20.25nm	55.00nm	22.60nm
		22.91nm	50.65nm	24.63nm
		21.53nm	53.71nm	23.01nm

Los resultados evidencian que el tamaño de partícula del SiO₂ está influenciado tanto por la temperatura de calcinación como por la velocidad de molienda. En primer lugar, se observa que el incremento de la velocidad de molienda de 500 a 700 RPM produce una disminución significativa en el tamaño de partícula, especialmente a 600 °C, donde los valores pasan de aproximadamente 70–75 nm a cerca de 20–23 nm. Este comportamiento se atribuye a que el aumento de la energía cinética de impacto entre los cuerpos moledores y las partículas genera mayores esfuerzos mecánicos, favoreciendo la ruptura y fragmentación de la estructura amorfa de la sílice, la cual resulta más susceptible a la deformación y fractura debido a su ordenamiento atómico irregular y a la ausencia de planos cristalinos definidos que absorban la energía de impacto.

En la Tabla 17 se presentan los valores promedio del tamaño de partícula del SiO₂ (nm) calculados a partir de las tres repeticiones realizadas en cada tratamiento, con el fin de sintetizar los resultados y facilitar su representación gráfica en las secciones posteriores.

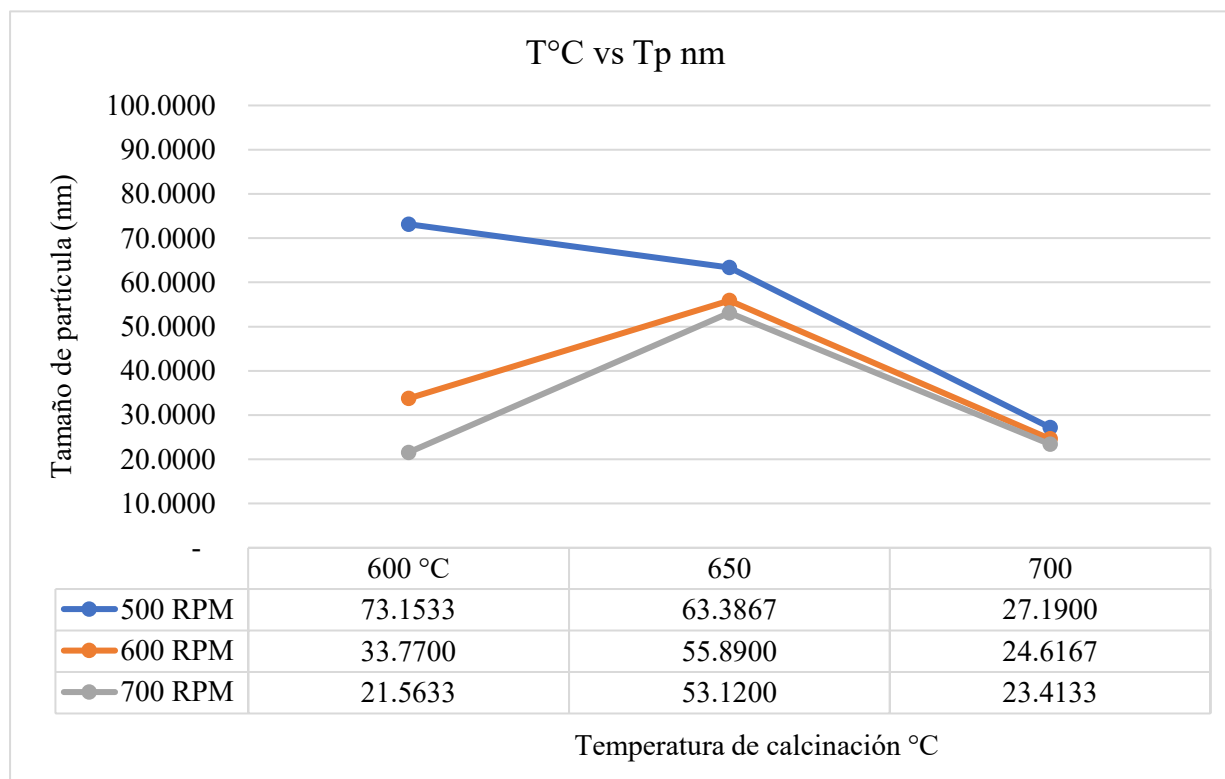
Tabla 17

Tamaño de partícula promedio del SiO₂ (nm) en función de la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) y la velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM).

Velocidad de molienda	Temperatura de Calcinación		
	600 °C	650	700
500 RPM	73.1533	63.3867	27.1900
600 RPM	33.7700	55.8900	24.6167
700 RPM	21.5633	53.1200	23.4133

Figura 28

Dimensión promedio de partícula del SiO₂ (nm) en función de la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) y la velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM).



La figura 28 muestra la variación del tamaño de partícula del SiO₂ en función de la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) para las tres velocidades de molienda evaluadas (500, 600 y 700 RPM). Se observa que, a 500 RPM, el tamaño de partícula presenta una tendencia decreciente continua conforme se incrementa la temperatura, pasando de 73.15 nm a 600 °C hasta 27.19 nm a 700 °C, lo cual evidencia el efecto de la calcinación sobre la eliminación de material orgánico residual y la compactación estructural del SiO₂.

En contraste, a 600 y 700 RPM, se aprecia un comportamiento no monótono, caracterizado por un aumento del tamaño de partícula a 650 °C (55.89 nm y 53.12 nm, respectivamente), seguido de una disminución significativa a 700 °C (24.62 nm y 23.41 nm). Este incremento intermedio se atribuye al fenómeno de sinterización incipiente, en el cual la energía térmica activa procesos de difusión superficial entre partículas de menor tamaño y mayor reactividad (obtenidas a altas

velocidades de molienda), favoreciendo su aglomeración y crecimiento. A 700 °C, la reorganización estructural y la cristalización parcial del material promueven una redistribución de la fase sólida, generando nuevamente partículas más pequeñas y definidas. A 500 RPM, este fenómeno no se manifiesta debido al mayor tamaño inicial de las partículas y, por ende, a su menor área superficial y reactividad térmica.

Asimismo, se evidencia que a 600 °C, a mayor velocidad de molienda se obtienen partículas de menor tamaño (de 73.15 nm a 500 RPM hasta 21.56 nm a 700 RPM), lo cual confirma el efecto directo de la energía mecánica de molienda sobre la reducción del tamaño de partícula. En conjunto, los resultados indican que la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda ejercen efectos combinados sobre la morfología final del SiO₂, siendo la condición de 700 RPM y 600 °C la que permite obtener el menor tamaño de partícula (21.56 nm), mientras que a 500 RPM y 600 °C se registran los mayores valores (73.15 nm).

A partir de los resultados obtenidos, es posible ajustar las variables de temperatura de calcinación y velocidad de molienda según el tipo de partícula de SiO₂ que se requiera obtener para cada aplicación industrial específica. A escala industrial, tanto la sílice amorfa como la cristalina presentan aplicaciones particulares de gran valor: la sílice amorfa, por su elevada reactividad química, alta área superficial específica y carácter puzolánico, resulta especialmente adecuada para su uso en la formulación de materiales cementicios de alto desempeño, soportes catalíticos, adsorbentes de contaminantes y refuerzos en compuestos poliméricos; mientras que la sílice cristalina (como el cuarzo o la cristobalita), debido a su mayor estabilidad térmica y resistencia mecánica, encuentra aplicación en la fabricación de vidrios, cerámicas avanzadas, materiales refractarios y componentes dieléctricos. Por ende, los resultados obtenidos permiten obtener sílice con las propiedades específicas requeridas para cada aplicación, contribuyendo a la valorización industrial de la cascarilla de arroz como materia prima de origen agroindustrial.

5.7 Análisis estadístico ANOVA de dos factores

Con el propósito de evaluar la significancia estadística de los efectos de la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda, así como su interacción sobre las variables de respuesta (fracción amorfa y tamaño de partícula del SiO₂), se aplicó un Análisis de Varianza (ANOVA)

factorial 3^2 con tres repeticiones por tratamiento. Previo al análisis, se verificaron los supuestos de normalidad y homogeneidad de varianzas requeridos para la aplicación válida del modelo.

5.7.1 Verificación de supuestos

Homogeneidad de varianzas

La prueba de Levene aplicada tanto a la fracción amorfa como al tamaño de partícula arrojó valores de $p = 0.07$ y $p = 0.09$ (> 0.05), respectivamente, lo que indica que se cumple el supuesto de homogeneidad de varianzas entre los grupos evaluados, validando la aplicación del ANOVA factorial.

Normalidad

La prueba de Shapiro-Wilk aplicada a los residuos de ambas variables de respuesta mostró valores de p mayores a 0.05 en todos los grupos, confirmando que los datos no presentan desviaciones significativas de la distribución normal. Asimismo, el análisis gráfico de los residuos confirmó que los datos se distribuyen aproximadamente a lo largo de la línea de referencia, sin patrones sistemáticos ni problemas de heterocedasticidad, por lo que el modelo se ajusta adecuadamente a los supuestos del análisis estadístico.

5.7.2 Fracción amorfa (%)

Tabla 18

Análisis de varianza (ANOVA) factorial 3² de la influencia de la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda sobre la proporción de sílice en fase amorfa (%).

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F _o	F crítico	Valor p	Decisión
A: Temperatura	0.00383	2	0.00192	305.84	3.55	1.27×10 ⁻¹⁴	Se rechaza H ₀
B: Velocidad	0.00570	2	0.00285	455.08	3.55	3.88×10 ⁻¹⁶	Se rechaza H ₀
Interacción AB	0.00008	4	0.0000195	3.12	2.93	0.041	Se rechaza H ₀
Error	0.00011	18	6.27×10 ⁻⁶				
Total	0.00973	26					

Los resultados del ANOVA factorial evidencian un efecto altamente significativo de la temperatura de calcinación ($F = 305.84$; $p < 0.001$) y de la velocidad de molienda ($F = 455.08$; $p < 0.001$) sobre la proporción de sílice en fase amorfa. Asimismo, la interacción entre ambos factores resultó estadísticamente significativa ($F = 3.12$; $p = 0.041$), lo que indica que el efecto de la velocidad de molienda sobre la fracción amorfa varía en función de la temperatura aplicada, aunque en menor magnitud que los efectos principales. En consecuencia, se rechaza la hipótesis nula y se acepta que tanto la temperatura de calcinación como la velocidad de molienda, así como su interacción, influyen significativamente sobre la proporción de sílice en fase amorfa obtenida a partir de la ceniza de cascarilla de arroz.

Tabla 19

Prueba post-hoc de Tukey para la fracción amorfa (%) según velocidad de molienda en cada nivel de temperatura.

Temperatura	Comparación	Valor p	Valor crítico	Resultado
600 °C	500 vs 600 RPM	0.00045	0.00522	Diferencia significativa
600 °C	500 vs 700 RPM	3.18×10^{-6}	0.00522	Diferencia significativa
600 °C	600 vs 700 RPM	7.97×10^{-5}	0.00522	Diferencia significativa
650 °C	500 vs 600 RPM	0.0061	0.00522	Diferencia significativa
650 °C	500 vs 700 RPM	3.26×10^{-5}	0.00522	Diferencia significativa
650 °C	600 vs 700 RPM	0.00051	0.00522	Diferencia significativa
700 °C	500 vs 600 RPM	4.19×10^{-5}	0.00522	Diferencia significativa
700 °C	500 vs 700 RPM	1.13×10^{-6}	0.00522	Diferencia significativa
700 °C	600 vs 700 RPM	0.00011	0.00522	Diferencia significativa

La prueba post-hoc de Tukey confirma que todas las comparaciones entre velocidades de molienda resultaron estadísticamente significativas en los tres niveles de temperatura evaluados. Esto demuestra que cada incremento en la velocidad de molienda produce una disminución significativa de la proporción de sílice en fase amorfa, independientemente de la temperatura de calcinación aplicada, confirmando que la condición de 500 RPM a 600 °C es la más óptima para maximizar el contenido de SiO₂ en fase amorfa.

5.7.3 Tamaño de partícula del SiO₂ (nm)

Tabla 20

Análisis de varianza (ANOVA) factorial 3² de la influencia de la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda sobre el tamaño de partícula del SiO₂ (nm).

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F ₀	F crítico	Valor p	Decisión
A: Temperatura	4736.24	2	2368.12	726.28	3.55	6.17×10 ⁻¹⁸	Se rechaza H ₀
B: Velocidad	2338.39	2	1169.19	358.58	3.55	3.16×10 ⁻¹⁵	Se rechaza H ₀
Interacción AB	2214.80	4	553.70	169.81	2.93	4.97×10 ⁻¹⁴	Se rechaza H ₀
Error	58.69	18	3.26				
Total	9348.12	26					

Los resultados del ANOVA factorial indican que tanto la temperatura de calcinación ($F = 726.28$; $p < 0.001$) como la velocidad de molienda ($F = 358.58$; $p < 0.001$) ejercen un efecto altamente significativo sobre el tamaño de partícula del SiO₂. Adicionalmente, la interacción entre ambos factores también resultó altamente significativa ($F = 169.81$; $p < 0.001$), lo que evidencia que el efecto de la velocidad de molienda sobre el tamaño de partícula depende fuertemente de la temperatura de calcinación aplicada. Esta interacción explica estadísticamente el comportamiento no monótono observado en la Tabla 21, particularmente a 650 °C, donde el fenómeno de sinterización incipiente modifica la tendencia esperada. En consecuencia, se rechaza la hipótesis nula, confirmando que ambos factores y su interacción influyen significativamente sobre el tamaño de partícula del SiO₂ obtenido a partir de la ceniza de cascarilla de arroz.

Tabla 21

Prueba post-hoc de Tukey para el tamaño de partícula (nm) según velocidad de molienda en cada nivel de temperatura.

Temperatura	Comparación	Valor p	Valor crítico	Resultado
600 °C	500 vs 600 RPM	7.70×10^{-12}	3.76	Diferencia significativa
600 °C	500 vs 700 RPM	3.10×10^{-13}	3.76	Diferencia significativa
600 °C	600 vs 700 RPM	4.60×10^{-6}	3.76	Diferencia significativa
650 °C	500 vs 600 RPM	0.0005	3.76	Diferencia significativa
650 °C	500 vs 700 RPM	2.68×10^{-5}	3.76	Diferencia significativa
650 °C	600 vs 700 RPM	0.1633	3.76	Diferencia no significativa
700 °C	500 vs 600 RPM	0.2029	3.76	Diferencia no significativa
700 °C	500 vs 700 RPM	0.0490	3.76	Diferencia significativa
700 °C	600 vs 700 RPM	0.6782	3.76	Diferencia no significativa

La prueba post-hoc de Tukey evidencia que a 600 °C existen diferencias significativas entre todas las velocidades de molienda evaluadas, confirmando el efecto directo de la energía mecánica sobre la reducción del tamaño de partícula a esta temperatura. A 650 °C, las comparaciones entre 500 RPM con las demás velocidades son significativas, pero no se encontraron diferencias significativas entre 600 y 700 RPM, fenómeno atribuido a la sinterización incipiente que homogeniza el tamaño de partícula a altas velocidades. A 700 °C, las comparaciones 500 vs 700 RPM y 600 vs 700 RPM son significativas, mientras que entre 500 y 600 RPM no existe diferencia significativa, lo cual se explica por la reorganización estructural del material a esta temperatura. Estos resultados confirman que la condición de 700 RPM a 600 °C genera el menor tamaño de partícula estadísticamente significativo (21.56 nm).

5.8 Contrastación de hipótesis

A partir de los resultados obtenidos mediante el análisis de varianza (ANOVA) factorial 3² y las pruebas post-hoc de Tukey, presentados en la sección 5.7, se procede a contrastar la hipótesis formulada en la presente investigación.

Hipótesis de investigación (H₁): La temperatura de calcinación y la velocidad de molienda influyen significativamente en el proceso de obtención de SiO₂ a partir de cascarilla de arroz, afectando tanto la fracción amorfa como el tamaño de partícula del material.

Hipótesis nula (H₀): La temperatura de calcinación y la velocidad de molienda no influyen significativamente en el proceso de obtención de SiO₂ a partir de cascarilla de arroz.

Los resultados estadísticos obtenidos se sintetizan en la Tabla 22, donde se muestran los valores F y p asociados a cada factor y a su interacción, para ambas variables de respuesta.

Tabla 22

Resumen de la contrastación de hipótesis a partir del ANOVA factorial 3²

Factor	Fracción amorfa (%)	Tamaño de partícula (nm)	Decisión
Temperatura de calcinación (A)	F = 305.84; p < 0.001	F = 726.28; p < 0.001	Se rechaza H ₀
Velocidad de molienda (B)	F = 455.08; p < 0.001	F = 358.58; p < 0.001	Se rechaza H ₀
Interacción (A × B)	F = 3.12; p = 0.041	F = 169.81; p < 0.001	Se rechaza H ₀

Los resultados del ANOVA factorial evidencian que la temperatura de calcinación ejerce un efecto estadísticamente significativo tanto sobre la fracción amorfa (F = 305.84; p < 0.001) como sobre el tamaño de partícula (F = 726.28; p < 0.001) del SiO₂ obtenido. De igual manera, la velocidad de molienda presenta un efecto significativo sobre ambas variables de respuesta (F = 455.08 y F =

358.58, respectivamente; $p < 0.001$), confirmando que ambos factores influyen de manera determinante en las propiedades estructurales y morfológicas del material.

Asimismo, la interacción entre la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda resultó estadísticamente significativa para ambas variables de respuesta ($p < 0.05$), evidenciando que el efecto conjunto de ambos factores modifica de manera significativa las propiedades del SiO_2 . En el caso del tamaño de partícula, esta interacción presenta una magnitud notable ($F = 169.81$; $p < 0.001$), lo que explica el comportamiento no monótono observado a 650°C , donde el fenómeno de sinterización incipiente altera la tendencia esperada. Para la fracción amorfa, aunque la interacción es estadísticamente significativa ($F = 3.12$; $p = 0.041$), su magnitud es menor que la de los efectos principales, lo que indica que la influencia de la velocidad de molienda sobre la fracción amorfa es relativamente consistente a través de los distintos niveles de temperatura.

En consecuencia, a partir de los resultados del análisis estadístico se rechaza la hipótesis nula (H_0) y se acepta la hipótesis de investigación (H_1), al haberse demostrado que la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda, así como su interacción, influyen significativamente sobre la fracción amorfa y el tamaño de partícula del SiO_2 obtenido a partir de la cascarilla de arroz. Estos resultados validan experimentalmente el diseño factorial 3^2 aplicado en la presente investigación y respaldan la relevancia de ambos factores como variables de control en el proceso de obtención de sílice amorfa a partir de este residuo agroindustrial.

5.9 Caracterización de la ceniza de cascarilla molida

Difracción de Rayos X (DRX)

La caracterización estructural de la ceniza de cascarilla molida se llevó a cabo mediante difracción de rayos X (DRX), con el fin de identificar las fases cristalinas presentes en las muestras analizadas. El procedimiento de caracterización se realizó en el Laboratorio de Física de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería (UNI). Para ello, las muestras previamente molidas fueron analizadas en un rango de ángulo 2θ comprendido entre $10,0^\circ$ y $80,0^\circ$, empleando un difractómetro de rayos X de laboratorio con geometría de goniómetro.

El análisis se efectuó utilizando radiación $\text{Cu K}\alpha$, generada a partir de un ánodo de cobre, con longitudes de onda de $\text{K}\alpha_1 = 1,540598 \text{ \AA}$ y $\text{K}\alpha_2 = 1,544426 \text{ \AA}$, y una relación $\text{K}\alpha_2/\text{K}\alpha_1$ de 0,5,

sin el uso de monocromador. El equipo operó a un voltaje del generador de 40 kV y una corriente de tubo de 8 mA, utilizando una rendija de divergencia fija de 1,52 mm.

Las mediciones se realizaron en modo de escaneo continuo, con un paso angular de $0,0027166^\circ$, registrándose un total de 25 767 puntos, lo que permitió obtener difractogramas de alta resolución. El tiempo de adquisición por paso fue de 15,045 s, asegurando una adecuada relación señal-ruido.

La identificación de las fases cristalinas presentes en la ceniza se llevó a cabo mediante la comparación de los difractogramas experimentales con las tarjetas estándar ASTM disponibles en la base de datos del sistema de difracción, permitiendo determinar la naturaleza cristalina y los compuestos predominantes en la muestra analizada.

6. DISCUSIÓN

La presente investigación evaluó la influencia de la temperatura de calcinación (600, 650 y 700 °C) y la velocidad de molienda (500, 600 y 700 RPM) sobre la fracción amorfa y el tamaño de partícula del SiO₂ obtenido a partir de cascarilla de arroz. Los resultados obtenidos se discuten a continuación en función de los hallazgos reportados en la literatura especializada y de los mecanismos físicos y químicos subyacentes al proceso.

6.1 Rendimiento de ceniza y efecto del pretratamiento ácido

El rendimiento de ceniza obtenido en el presente estudio varió entre 18,44 % y 19,55 % respecto a la masa inicial de cascarilla de arroz, valores que se encuentran dentro del rango reportado en la literatura (18–25 % en peso), según lo señalado por Amran et al. (2020). La pequeña variación observada entre los tres niveles de temperatura (600–700 °C) evidencia que, en este rango térmico, la masa de ceniza obtenida es relativamente estable, lo que sugiere que la mayor parte de la fracción orgánica ya ha sido eliminada a 600 °C.

El pretratamiento ácido con HCl 0,1 M durante 2 horas aplicado en el presente estudio cumplió una función exclusiva de remoción de impurezas metálicas superficiales, sin constituir una etapa de extracción química de la sílice. La concentración empleada es significativamente inferior a la reportada en estudios que aplican métodos químicos de extracción. Por ejemplo, Ajeel et al. (2020) y Ajeel et al. (2021) emplearon HCl 3N combinado con lixiviación alcalina con NaOH (1.5–3 N) para obtener sílice con purezas superiores al 99 %. Si bien esas metodologías logran mayor pureza, también generan residuos químicos con potencial contaminante y requieren mayor infraestructura. El enfoque termomecánico adoptado en este trabajo representa una alternativa más sencilla, de menor impacto ambiental y con mayor viabilidad para contextos de procesamiento descentralizado, en línea con los principios de la economía circular.

6.2 Efecto de la temperatura de calcinación sobre la fracción amorfa

| El análisis por DRX combinado con refinamiento Rietveld evidenció que la sílice obtenida conserva una estructura predominantemente amorfa en todas las condiciones evaluadas, con fracciones amorfas comprendidas entre 93,00 % (a 700 RPM y 700 °C) y 99,97 % (a 500 RPM y 600 °C). Este resultado es consistente con lo reportado por Ogwang et al. (2021), quienes obtuvieron sílice amorfa a 600 °C y una mezcla de fases amorfa y cristalina a 800 °C, así como

con Mesa et al. (2024), quienes confirmaron la obtención de sílice amorfa mediante calcinación a 620 °C por tres horas. De manera particular, Ogowang et al. (2021) reportaron que, al calcinar cascarilla de arroz durante 3 horas, a 600 °C la sílice se mantuvo completamente amorfa en todas las variedades evaluadas, mientras que a partir de 800 °C aparecieron picos agudos correspondientes a tridimita y cristobalita, y a 900 °C se formaron polimorfos cristalinos como α -cristobalita, α -cuarzo y α -tridimita; tendencia coherente con el comportamiento progresivo de disminución de la fracción amorfa observado en el presente estudio al pasar de 600 °C a 700 °C. Se identificó una disminución progresiva de la fracción amorfa al incrementar la temperatura de calcinación de 600 a 700 °C, pasando de valores cercanos al 99,9 % (a 500 RPM y 600 °C) hasta aproximadamente 93–96 % (a 700 RPM y 700 °C). Este comportamiento se asocia a una reorganización incipiente de la red silíceo (Si–O–Si), donde la energía térmica aportada favorece la nucleación inicial de fases cristalinas. Si bien esta cristalización no se manifiesta como picos agudos y bien definidos en los difractogramas razón por la cual no es perceptible mediante inspección visual directa, el refinamiento Rietveld permitió su cuantificación a partir del ajuste matemático del patrón de difracción. Esta observación concuerda con lo reportado por Ogowang et al. (2021), quienes indican que la temperatura de calcinación influye directamente en la transición de la sílice de amorfa a cristalina, situando dicha transición en el rango de 600 °C a 900 °C. Es importante destacar que, bajo las condiciones evaluadas en el presente estudio, no se alcanzaron las temperaturas reportadas como críticas para la cristalización masiva (≥ 800 °C), por lo que el material conserva su reactividad y potencial puzolánico, característica deseable para aplicaciones en materiales cementicios y catálisis.

6.3 Efecto de la velocidad de molienda sobre el tamaño de partícula

La velocidad de molienda influyó directamente en la reducción del tamaño de partícula del SiO₂, observándose una disminución significativa al incrementar las RPM. A 600 °C, el tamaño promedio se redujo de 73,15 nm (500 RPM) a 21,56 nm (700 RPM), lo que evidencia el efecto de la energía mecánica sobre la fragmentación del material. Este resultado se fundamenta en el principio de operación del molino planetario, en el cual el incremento de la velocidad de rotación aumenta la energía cinética de impacto entre los cuerpos moledores y las partículas, favoreciendo la ruptura progresiva de los aglomerados y la reducción granulométrica (Bueno, 2021).

Los tamaños de partícula obtenidos en este estudio son comparables e incluso inferiores a los reportados en la literatura. Ajeel et al. (2020) obtuvieron partículas de sílice amorfa entre 87 y 114 nm mediante lixiviación alcalina, mientras que Ajeel et al. (2021) reportaron tamaños entre 77,20 y 88,93 nm para nanosílice obtenida de mazorca de maíz. Yuan et al. (2025), empleando molienda de bolas planetaria a 240 RPM durante 2 horas, optimizaron la calidad de partículas de sílice para aplicaciones en compuestos de caucho. En comparación, las condiciones óptimas del presente estudio (600 °C / 700 RPM) permitieron alcanzar tamaños promedio de 21,56 nm, valor que se sitúa en el rango nanométrico superior y resulta competitivo frente a las metodologías químicas, con la ventaja adicional de emplear un enfoque termomecánico de menor impacto ambiental.

Se observó además una ligera disminución de la fracción amorfa con el incremento de la velocidad de molienda (de 99,97 % a 500 RPM hasta 93,14 % a 700 RPM en el caso extremo de 700 °C), lo que sugiere que la energía mecánica aportada durante la molienda no solo fragmenta el material, sino que también induce una reorganización estructural local a corto alcance. Este fenómeno es consistente con los principios de la activación mecanoquímica descritos por diversos autores, donde la energía de impacto genera deformaciones, microfracturas y calor localizado capaces de promover reordenamientos atómicos.

6.4 Interacción entre temperatura de calcinación y velocidad de molienda

El análisis de varianza factorial 3^2 reveló que, además de los efectos principales significativos de la temperatura ($F = 726,28$; $p < 0,001$) y la velocidad de molienda ($F = 358,58$; $p < 0,001$) sobre el tamaño de partícula, existe una interacción altamente significativa entre ambos factores ($F = 169,81$; $p < 0,001$). Esta interacción explica estadísticamente el comportamiento no monótono observado, particularmente a 650 °C, donde el tamaño de partícula muestra una tendencia diferente al comportamiento esperado.

En el caso de la fracción amorfa, aunque la interacción también resultó estadísticamente significativa ($F = 3,12$; $p = 0,041$), su magnitud fue considerablemente menor que la de los efectos principales, lo que indica que el efecto de la velocidad de molienda sobre la fracción amorfa es relativamente consistente a través de los distintos niveles de temperatura, con una tendencia generalizada hacia la disminución del contenido amorfo al incrementar ambos factores.

La existencia de esta interacción implica que las condiciones óptimas de procesamiento no pueden determinarse evaluando cada factor por separado, sino que deben considerarse de manera conjunta

en función del objetivo buscado. Para maximizar la fracción amorfa, las condiciones óptimas corresponden a 600 °C y 500 RPM (99,95 % de fase amorfa). Para minimizar el tamaño de partícula conservando una alta fracción amorfa, la condición óptima es 600 °C y 700 RPM (21,56 nm con 96,03 % de fase amorfa). Esta última combinación resulta particularmente atractiva para aplicaciones donde se requiere simultáneamente alta reactividad química y elevada área superficial específica, como en la formulación de materiales puzolánicos, refuerzos en compuestos poliméricos y soportes catalíticos.

6.5 Implicaciones, limitaciones y proyección del estudio

Los resultados del presente estudio aportan evidencia técnica relevante sobre la viabilidad de obtener sílice amorfa de calidad a partir de cascarilla de arroz mediante un enfoque termomecánico, sin recurrir a metodologías químicas intensivas. Este aporte adquiere especial relevancia en el contexto de la región Lambayeque, donde no se habían reportado previamente estudios sobre la valorización de este residuo agroindustrial, a pesar de su alta disponibilidad. En consecuencia, esta investigación contribuye a cerrar una brecha científica y técnica regional, y sienta bases metodológicas para el aprovechamiento sostenible de subproductos del procesamiento del arroz.

No obstante, el estudio presenta algunas limitaciones que deben considerarse. En primer lugar, el rango de temperaturas evaluado (600–700 °C) no permitió caracterizar el umbral exacto de cristalización masiva del material, lo que podría abordarse en estudios futuros ampliando el rango térmico. En segundo lugar, la caracterización no incluyó determinación del área superficial específica mediante adsorción de nitrógeno (BET), parámetro complementario relevante para evaluar el desempeño del material en aplicaciones adsorptivas y catalíticas. Finalmente, aunque la cuantificación Rietveld permitió identificar una cristalización incipiente, la identificación específica de las fases cristalinas minoritarias (cristobalita o cuarzo) requeriría análisis complementarios como DRX de alta resolución o difracción con estándar interno.

Como proyección del trabajo, se recomienda evaluar el desempeño de la sílice obtenida en aplicaciones específicas (por ejemplo, como refuerzo en compuestos cementicios, adsorbente de contaminantes o soporte catalítico), así como explorar su potencial funcionalización superficial para aplicaciones biomédicas y ambientales, según lo sugerido por Guo et al. (2024).

7. CONCLUSIONES

- Se determinó que la temperatura de calcinación y la velocidad de molienda influyen significativamente, tanto de forma individual como en interacción, sobre la fracción amorfa y el tamaño de partícula del SiO₂ obtenido a partir de cascarilla de arroz. El aumento de ambos factores reduce el tamaño de partícula por efecto de la mayor energía térmica y mecánica del sistema; sin embargo, este mismo efecto favorece reordenamientos estructurales a corto alcance que disminuyen la fracción amorfa, evidenciando una relación inversa entre ambas propiedades que debe considerarse al definir las condiciones de operación según el tipo de SiO₂ requerido.
- Se estableció que la temperatura de calcinación influye significativamente sobre la fracción amorfa del SiO₂, observándose una disminución progresiva del contenido amorfo al incrementar la temperatura de 600 °C a 700 °C. Mediante análisis por DRX y refinamiento Rietveld se obtuvieron valores entre 99,97 % y 93,00 %, lo que evidencia una cristalización incipiente cuantificable, aunque no observable como picos cristalinos definidos.
- Se comprobó que la velocidad de molienda ejerce un efecto directo y significativo en la reducción del tamaño de partícula del SiO₂. A 600 °C, el tamaño promedio disminuyó de 73,15 nm (500 RPM) a 21,56 nm (700 RPM), confirmando que la energía mecánica de molienda constituye el principal mecanismo de conminución. Asimismo, el incremento de la velocidad contribuyó a una ligera disminución de la fracción amorfa.
- La caracterización mediante DRX, SEM y TEM confirmó la obtención de un SiO₂ predominantemente amorfo y permitió establecer la relación entre las condiciones de procesamiento y las propiedades del material. Los difractogramas mostraron un halo amorfo centrado en $2\theta \approx 20\text{--}22^\circ$, mientras que las micrografías TEM evidenciaron nanopartículas cuasi-esféricas, con tamaños entre 11 y 90 nm y tendencia a la aglomeración, validando la coherencia entre la estructura y la morfología obtenidas bajo cada combinación de temperatura y velocidad de molienda.
- Mediante el análisis estadístico factorial ANOVA de dos factores se determinó que la temperatura de calcinación, la velocidad de molienda y su interacción ejercen un efecto estadísticamente significativo sobre la fracción amorfa y el tamaño de partícula del SiO₂ obtenido ($p < 0,001$). La prueba post hoc de Tukey permitió diferenciar estadísticamente los tratamientos evaluados, identificándose que la condición de 600 °C y 500 RPM presentó la

mayor fracción amorfa ($\approx 99,95\%$), mientras que $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 700 RPM permitió obtener el menor tamaño de partícula ($\approx 21,56\text{ nm}$), conservando una alta fracción amorfa ($\approx 96,03\%$).

8. RECOMENDACIONES

- Evaluar temperaturas intermedias entre 600 y 650 °C mediante incrementos graduales, con el propósito de determinar el umbral térmico a partir del cual se inicia la disminución significativa de la fracción amorfa del SiO₂. Esto permitiría optimizar las condiciones de calcinación para maximizar la preservación de la fase amorfa y, al mismo tiempo, reducir el consumo de energía térmica y los costos energéticos asociados al proceso.
- Evaluar el efecto del tiempo de molienda como variable adicional al presente estudio, manteniendo constante la velocidad de rotación, con el propósito de optimizar el consumo energético del proceso sin comprometer la reducción del tamaño de partícula.
- Emplear la condición de 600 °C y 700 RPM como parámetros óptimos de procesamiento cuando se requiera un material con tamaño nanométrico reducido ($\approx 21,56$ nm) y alta fracción amorfa (≈ 96 %), condiciones particularmente adecuadas para la formulación de materiales cementicios de alto desempeño y aplicaciones puzolánicas.
- Utilizar la condición de 600 °C y 500 RPM cuando el objetivo principal sea maximizar la fracción amorfa ($\approx 99,95$ %), característica deseable para aplicaciones donde la reactividad química resulta prioritaria, como en soportes catalíticos o síntesis de silicatos.

9. REFERENCIAS

- Adam, J. A., Oboh, I. O., Etuk, V. E., Okon, F. E., & Asangausung, P. E. (2025). Extraction of silica from rice husk for the production and optimization of metallurgical-grade silicon for potential engineering applications. *World Journal of Advanced Research and Reviews*, 25(3), 2413–2433. <https://doi.org/10.30574/wjarr.2025.25.3.0961>
- Admin. (2025). ¿Qué es un molino planetario? Descubra su mecanismo de molienda único y sus aplicaciones. Kintek Solution. https://es.kindle-tech.com/faqs/what-is-a-planetary-mill?utm_source
- Ajeel, S. A., Sukkar, K. A., & Zedin, N. K. (2020). Extraction of high purity amorphous silica from rice husk by chemical process. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 881, 012096. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/881/1/012096>
- Alcorn, F. M., Jain, P. K., & Van Der Veen, R. M. (2023). Time-resolved transmission electron microscopy for nanoscale chemical dynamics. *Nature Reviews Chemistry*, 7(4), 256-272. <https://doi.org/10.1038/s41570-023-00469-y>
- Ali, A., Chiang, Y. W., & Santos, R. M. (2022). X-ray Diffraction Techniques for Mineral Characterization: A Review for Engineers of the Fundamentals, Applications, and Research Directions. *Minerals*, 12(2), 205. <https://doi.org/10.3390/min12020205>
- Amran, Y. M., Alyousef, R., Alabduljabbar, H., & El-Zeadani, M. (2020). Clean production and properties of geopolymer concrete; A review. *Journal Of Cleaner Production*, 251, 119679. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.119679>
- Bueno Colina, R. (2021). Estudio de las variables de operación de un molino de bolas planetario para materiales inorgánicos [Trabajo de fin de grado]. Universidad de Cantabria. <http://hdl.handle.net/10902/22377>
- Castillo, J., Arcuri, M., Vargas, V., & Piscitelli, V. (2022). Synthesis of nanocomposites SiO₂,Co₃O₄, SiO₂,ZnO, and SiO₂,CuO from rice husks: spectroscopy and optical properties. *Applied Physics A*, 128(2). <https://doi.org/10.1007/s00339-021-05247-5>
- Dagnino, J. (2014). *Análisis de varianza*. **Revista Chilena de Anestesia**, 43(4), 306–310. Recuperado de <https://revistachilenadeanestesia.cl/PII/revchilanestv43n04.07.pdf>
- Darmenbayeva, A., Ilyas, R. A., Sapuan, S. M., & Nurazzi, N. M. (2024). A comprehensive review on the structure and properties of rice husk and its potential applications. *Journal of Natural Fibers*, 21(1), 1–19. <https://doi.org/10.1080/15440478.2022.2118100>
- Du, J., Meng, W., Khayat, K. H., Bao, Y., Guo, P., Lyu, Z., Abu-Obeidah, A., Nassif, H., & Wang, H. (2021). New development of ultra-high-performance concrete (UHPC). *Composites Part B Engineering*, 224, 109220. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.109220>

- Faria-Tischer, P. C. S., Bianchini, D., Tischer, C. A., & Sierakowski, M. R. (2016). Characterization of rice husk lignocellulosic residues for use as biosorbents. *BioResources*, 11(1), 1077–1093. <https://doi.org/10.15376/biores.11.1.1077-1093>
- Gabriel Tuesta, E., & Huaypar Vásquez, Y. (2012). Application of X-ray diffraction (XRD) technique in the mining industry. In *Proceedings of the 9th National Mining Congress*. INGEMMET. <https://app.ingemmet.gob.pe/biblioteca/pdf/CNM9-011.pdf>
- González-Fonteboa, B., Martínez-Abella, F., Rodríguez-Álvaro, R., Rey-Bouzon, E., Seara-Paz, S., & Herrador, M. (2021b). Use of coal bottom ash and other waste as fine aggregates in lightweight cement-based materials. En *Elsevier eBooks* (pp. 53-87). <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-820549-5.00026-7>
- Guo, Z., Liu, Z., & Tang, R. (2024). Applications of amorphous inorganics as novel functional materials. *Materials Chemistry Frontiers*, 8(7), 1703-1730. <https://doi.org/10.1039/d3qm01263h>
- Guevara Fernández, D. N. V., & Sausa Burga, L. L. (2024). Potencial uso del biocarbón de cascarilla de arroz (*Oryza sativa*) como adsorbente para la remoción de tetraciclina en sistemas acuosos contaminados [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo]. Repositorio Institucional de la Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo. <https://repositorio.unprg.edu.pe/handle/20.500.12893/14036>
- Hamidu, I., Afotey, B., Kwakye-Awuah, B., & Anang, D. A. (2025). Synthesis of silica and silicon from rice husk feedstock: A review. *Heliyon*, 11(4), e42491. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2025.e42491>
- Li, S. (2024). Quantitative Characterization by Transmission Electron Microscopy and Its Application to Interfacial Phenomena in Crystalline Materials. *Materials*, 17(3), 578. <https://doi.org/10.3390/ma17030578>
- Ilyas, R. A., Sapuan, S. M., & Harussani, M. M. (2021). Hygroscopic behavior of natural fibers and composites. In R. A. Ilyas, M. Jawaid, & S. M. Sapuan (Eds.), *Hygrothermal behavior, durability and aging of composites* (pp. 73–83). Springer. https://doi.org/10.1007/978-3-030-46456-9_5
- Ipohorski, M. & Bozzano, P. B. (2013). Microscopía electrónica de barrido en la caracterización de materiales. *Ciencia e Investigación*, Tomo 63(Nº 3), 44. Asociación Argentina para el Progreso de las Ciencias (AAPC). ISSN: 0120-6230. Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=43004102>
- Kusumaningrum, I., Effendi, D. B., & Nurdin, M. (2021). Silica content and physical properties of rice husk ash obtained from controlled combustion. *Materials Today: Proceedings*, 44, 3176–3181. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.11.868>

- Malatesta, M. (2021). Transmission Electron Microscopy as a Powerful Tool to Investigate the Interaction of Nanoparticles with Subcellular Structures. *International Journal Of Molecular Sciences*, 22(23), 12789. <https://doi.org/10.3390/ijms222312789>
- Malvern Panalytical. (s. f.). *X-ray diffraction (XRD)*. Recuperado el 18 de enero de 2026, de <https://www.malvernpanalytical.com/es/products/technology/xray-analysis/x-ray-diffraction>
- McLean, B., & Yarovsky, I. (2024). Structure, Properties, and Applications of Silica Nanoparticles: Recent Theoretical Modeling Advances, Challenges, and Future Directions. *Small*. <https://doi.org/10.1002/sml.202405299>
- Merriam-Webster. (sf). Humedad higroscópica. En el diccionario Merriam-Webster.com . Consultado el 18 de agosto de 2025 en <https://www.merriam-webster.com/dictionary/hygroscopic%20moisture>
- Mesa, S., Jaramillo, D., Urán, L. C., & Vélez, C. A. (2024). Amorphous silica production from Colombian rice husk: demonstration in scaled-up process Products. *Ingeniería y Competitividad*, 26(3). <https://doi.org/10.25100/iyv.v26i3.14396>
- Nasser, I. M., Ibrahim, M. H. W., Zuki, S. S. M., Alshalif, A. F., Nindyawati, N., & Jaya, R. P. (2023). Effects of Milling Time on Nano Rice Husk Ash Particle Size. *E3S Web Of Conferences*, 445, 01003. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202344501003>
- Ogwang, G., Olupot, P., Kasedde, H., Menya, E., Storz, H., & Kiros, Y. (2021). Experimental evaluation of rice husk ash for applications in geopolymer mortars. *Journal Of Bioresources And Bioproducts*, 6(2), 160-167.
- Park, J. Y., Gu, Y. M., Chun, J., Sang, B., & Lee, J. H. (2023). Pilot-scale continuous biogenic silica extraction from rice husk by one-pot alkali hydrothermal treatment and ball milling. *Chemical And Biological Technologies In Agriculture*, 10(1). <https://doi.org/10.1186/s40538-023-00479-4>
- Pérez, R. H., Paredes, A. O., Delgado, R. S., Delgado, A. M. S., Medrano, A. S., & Candia, F. R. M. (2022). Manejo de la cascarilla de arroz como residuo postcosecha y su conversión en nanocelulosa. *Mundo Nano Revista Interdisciplinaria En Nanociencia y Nanotecnología*, 16(30), 1e-17e. <https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2023.30.69697>
- Prabha, S., Durgalakshmi, D., Rajendran, S., & Lichtfouse, E. (2020). Plant-derived silica nanoparticles and composites for biosensors, bioimaging, drug delivery and supercapacitors: a review. *Environmental Chemistry Letters*, 19(2), 1667-1691. <https://doi.org/10.1007/s10311-020-01123-5>
- Salavati-Niasari, M., Javidi, J., & Dadkhah, M. (2013). Ball milling synthesis of silica nanoparticle from rice husk ash for drug delivery application. *Combinatorial Chemistry & High Throughput Screening*, 16(6), 458–462. <https://doi.org/10.2174/1386207311316060006>

- Shafiei, N., Nasrollahzadeh, M., & Iravani, S. (2021). Green synthesis of silica and silicon nanoparticles and their biomedical and catalytic applications. *Comments on Inorganic Chemistry*, 41(6), 317–372. <https://doi.org/10.1080/02603594.2021.1904912>
- Sigüencia, J. (2022). Generación de hidrolizados de cascarilla de arroz y su aprovechamiento en digestión anaerobia [Tesis de Doctorado, Universidad de Zaragoza]. <https://zaguan.unizar.es/record/127619>
- Sialer Campos, E. R. (2024). Evaluación del extracto proteico de las semillas de moringa (*Moringa oleífera*) inmovilizadas sobre cenizas de cáscara de arroz en la disminución de turbidez para obtener agua potable [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo]. Repositorio Institucional de la Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo. <https://repositorio.unprg.edu.pe/handle/20.500.12893/14176>
- Taco Quispe, M. T. (2018). *Estudio sobre el comportamiento mecánico de un compuesto de matriz metálica Al-SiO₂ utilizando como materia prima latas de Aluminio y Cascarilla de Arroz* [Tesis de grado, Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa]. Repositorio Institucional UNSA. <http://repositorio.unsa.edu.pe/handle/UNSA/8551>
- Williams, D. B., & Carter, C. B. (2009). *Transmission electron microscopy: A textbook for materials science* (2nd ed.). Springer. <https://doi.org/10.1007/978-0-387-76501-3>
- Wongsiriwittaya, M., Chompookham, T., & Bubphachot, B. (2023). Enhancement of higher heating value and reduction of hygroscopicity of torrefied rice husk using torrefaction with gas circulation system. *Sustainability*, 15(14), 11193. <https://doi.org/10.3390/su151411193>
- Yuan, S., Hou, Y., He, M., Wang, L., Yu, F., & Ma, Y. (2025). Sustainable filler from agricultural waste: Ball milling optimization of rice husk ash-based silica for green tire tread composites. *Polymer Composites*. <https://doi.org/10.1002/pc.29540>

10. ANEXOS

Figura 29

Toma de muestra en Molino Don Julio

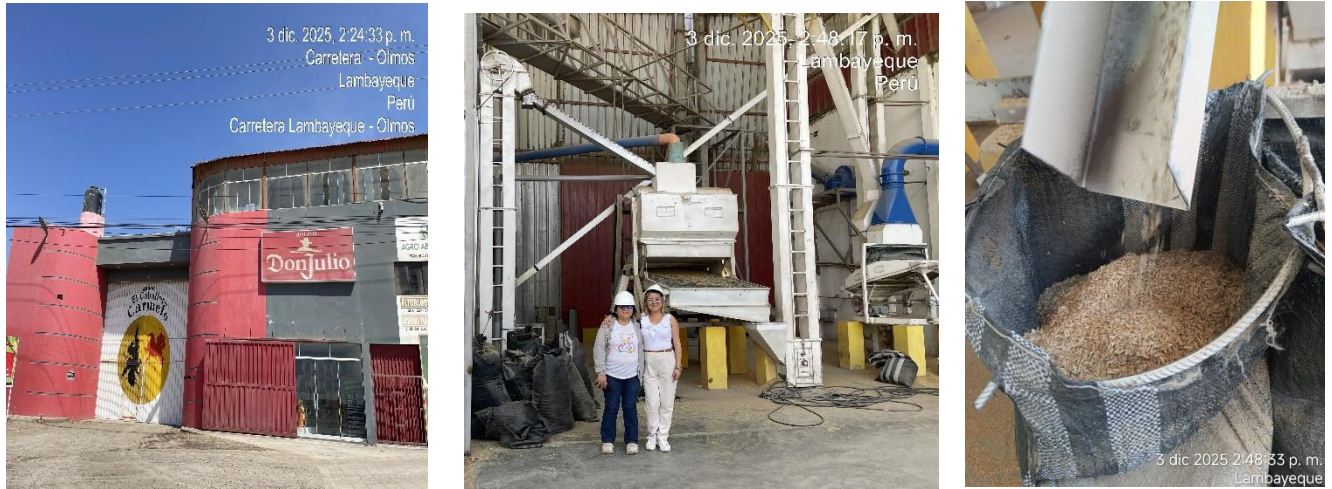


Figura 30

Preparación de Muestra.



Figura 31

Armado del sistema de Reflujo

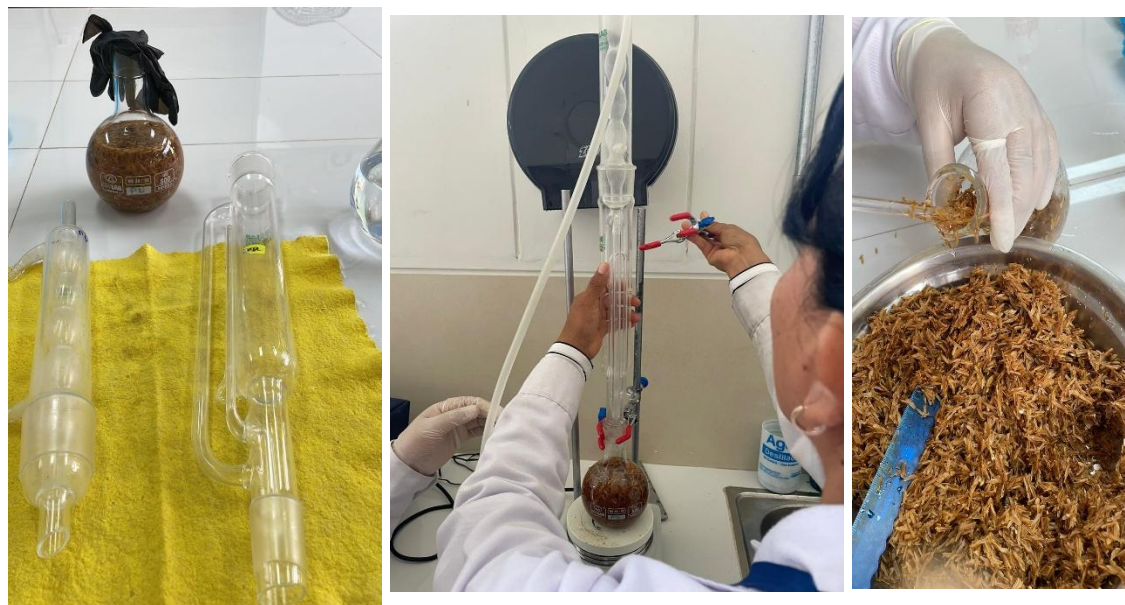


Figura 32

Acondicionamiento para Proceso de Reflujo



Figura 33

Neutralización de Muestra

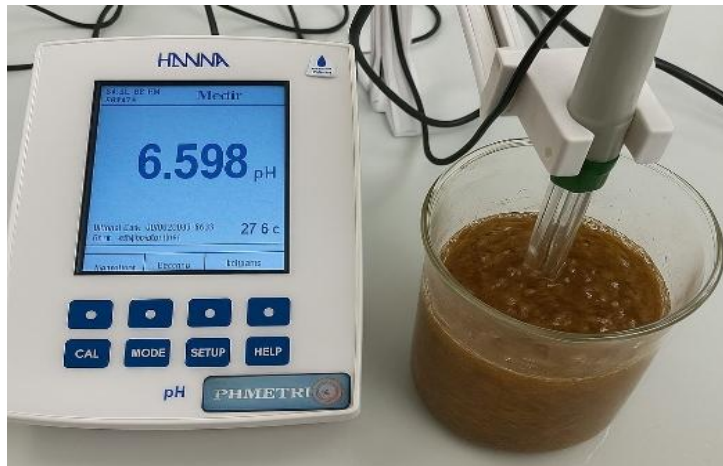


Figura 34

Proceso de Determinación de Humedad



Figura 35

Calcinación de las muestras de cascarilla de arroz



Figura 36

Tarado de crisoles



Figura 37

Frascos de vidrio previamente esterilizados en horno, secados y enfriados a temperatura ambiente



Figura 38

Muestras en el desecador



Figura 39

Tamizado de muestras

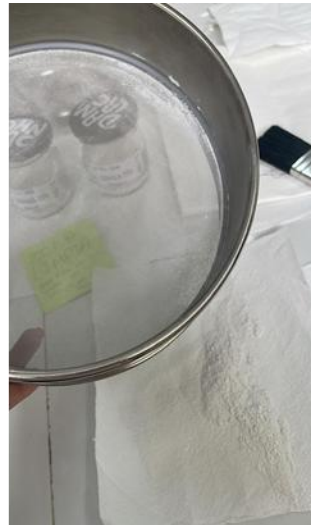


Figura 40

Muestras con desecador



Figura 41

Caracterización de DRX



Figura 42

Equipo SEM

