

# BISTUA

Revista de la Facultad de Ciencias Básicas

ISSN: 0120-4211 • ISSN-e: 2711-3027

Volumen 21 - No. 1 Año 2023



Publicado: 10/Junio/ 2023



<http://ojs.unipamplona.edu.co/ojsviceinves/index.php/bistua>

BISTUA es la revista de la Facultad de Ciencias Básicas de la Universidad de Pamplona-Colombia, cuyo fin primordial es la difusión de trabajos originales que contribuyan a ampliar los conocimientos en ciencias naturales y exactas. BISTUA es una publicación científica de acceso abierto, arbitrada por pares, un volumen anual de dos números, desde 1982 edición en papel ISSN:0120-4211 y desde 2004 edición electrónica e-ISSN:2711-3027. La edición electrónica está alojada en la plataforma *Open Journal Systems* (OJS).

BISTUA publica artículos de investigación científica y tecnológica, artículos de revisión y cartas al editor. Las áreas de interés son las siguientes:

**Biología Física Geología Química Matemáticas Ciencias Básicas Aplicada**

## Información de la Revista

BISTUA, ISSN:0120-4211, Impreso, 2711-3027, electrónico, publicada por la Facultad de Ciencias Básicas, Universidad de Pamplona – Colombia, con periodicidad semestral.

## Información de contacto

**E-mail:** [Bistua.RevistaFCB@unipamplona.edu.co](mailto:Bistua.RevistaFCB@unipamplona.edu.co)

**Dirección:** Revista BISTUA, Facultad de Ciencias Básicas, Universidad de Pamplona, Campus Principal, Pamplona – Colombia.

**Teléfono:** (57) 5685303 Ext: (232)

## © Copyright. Universidad de Pamplona.

Se permite la reproducción completa o parcial para fines educativos, garantizando que se cite la fuente indicada en el sitio web de cada artículo.



## Nota:

Todas las declaraciones, métodos, instrucciones e ideas que contienen los artículos son responsabilidad exclusiva de los autores y no necesariamente representan la visión de la Universidad de Pamplona. El Editor o la Universidad de Pamplona no se hacen responsables de ninguna lesión y/o daño por el uso del contenido de esta revista. Los conceptos y opiniones expresados en los artículos son responsabilidad exclusiva de los autores.

## Indexación y Bases de datos

BISTUA está admitida en:

PUBLINDEX, Sistema Nacional de Indexación y Homologación de Revistas Especializadas CT+I, Categoría C (2022)



## Contacto Editorial

**Jorge Enrique Rueda - PhD**

Editor / Profesor Titular

Departamento de Física

Facultad de Ciencias Básicas

Universidad de Pamplona

**e-mail:**

[bistua.revistafcb@unipamplona.edu.co](mailto:bistua.revistafcb@unipamplona.edu.co)

---

---

# **BISTUA**

**Revista de la Facultad de Ciencias Básicas**

---



## Equipo Editorial

### Editor

**Jorge Enrique Rueda Parada** / Doctor en Ciencias-Física  
Departamento de Física  
Facultad de Ciencias Básicas  
Universidad de Pamplona, Colombia

### Comité Editorial

**Ángel Rodrigo Salazar Martínez** / Doctor en Ciencias -Física  
Universidad Pontificia Bolivariana, Colombia

**Luis Alberto Nuñez** - / Doctor en Ciencias  
Universidad Industrial de Santander, Colombia

**Pierre Pellat Finet** / Docteur és Sciences  
Université de Bretagne Sud, Francia

**Diana Alexandra Torres** / Doctora en Ciencias - Química  
Universidad de Pamplona, Colombia

### Comité Científico

**Javier Mateo Oyagüe** / Doctor en Ciencias y Tecnología de Alimentos  
Universidad de León, España

**Nelson Humberto Hurtado** / Doctor en Ciencias Químicas  
Universidad de Nariño, Colombia

**Hernando García** / Applied Physics Ph.D.  
Southern Illinois University, EE. UU.

**Carlos Alberto Ríos Reyes** / Doctor en Ciencias Aplicadas  
Universidad Industrial de Santander, Colombia

**Giovanni Orlando Cancino** / Doctor en Ciencias-Biotecnología Vegetal  
Universidad de Pamplona, Colombia

### Diagramación y Diseño

**Jorge Enrique Rueda**, Departamento de Física, Universidad de Pamplona

**Alfredo Ramírez Parra**, Diseño de Portadas, CIADTI - Universidad de Pamplona



## Pares Evaluadores

**Dr. Javier Mateo Oyagüe**

Universidad de León, España

**Dr. Hernando Gonzalez Sierra**

Universidad Surcolombiana, Colombia

**Dra. Adriana Ordoñez Vásquez**

Instituto de Genética Humana Facultad de Medicina  
Pontificia Universidad Javeriana-Colombia

**Dr. José Eduardo Sanabria**

Universidad de Sucre-Colombia

**Dr. Victor Saul Basto Gonzalez**

Universidad del Quindío-Colombia

**Dra. Alejandra Eugenia Mejía Molina**

Universidad de Pamplona, Colombia

**Dr. Carlos José Torres López**

Universidad del Trujillo, Trujillo, Perú

**Dr. Ana Ramírez**

Universidad Industrial de Santander, Colombia

**Dr. Antistio Anibal Alviz Amador**

Universidad de Cartagena, Colombia

**Dr. Luis Parmenio Suescún Bolívar**

Universidad de Santiago de Cali, Colombia

**Dr. Arnaldo de la barrera correa**

Universidad de Pamplona, Colombia

**MSc. Iván Meléndez Gélvez**

Universidad de Pamplona, Colombia

**Dr. Oscar M. Castellanos A.**

Universidad de Pamplona, Colombia

**Dra. Liliana Solano Flórez**

Universidad de Sucre, Colombia

**Dra. Yesika Rojas Savogal**

Universidad del Atlántico, Colombia





## Contenido / BISTUA, Vol. 21, N<sup>o</sup>. 1 (2023)

**Cuantificación de Zearalenona en el arroz cultivado en Norte de Santander y su efecto citotóxico sobre las células HepG2**

*Quantification of Zearalenone in rice cultivated in Norte de Santander and its cytotoxic effect on HepG2 cell*  
**Mayra Parada; Nancy Jaimes; Liliana Rojas.** Páginas 9-17

**Cálculo del potencial de Bohm a partir de la solución de la ecuación de Ermakov**

*Calculation of the Bohm potential from the solution of the Ermakov equation*  
**Jairo Alonso Mendoza S.; Juan Carlos Lopez C.; Rosalba Mendoza Suarez.** Páginas 18-22

**Foconductividad persistente en fibras de titanato de estroncio, estimación de trampas superficiales y profundas**

*Persistent photoconductivity in strontium titanate fibers, estimation of surface and deep traps*  
**Diego A. Landinez; Jorge-Enrique Rueda-P; Antonio Carlos Hernandez.** Páginas 23-30

**Caracterización mineralógica y geoquímica de la mineralización vetiforme de Au-Ag de la Quebrada Aserradero, municipio de California, Santander (Colombia): implicaciones geometalúrgicas**

*Mineralogical and geochemical characterization of the Au-Ag vetiform mineralization of the Aserradero Stream, municipality of California, Santander (Colombia): geometalurgic implications*  
**Carolina Santamaría-Galvis; Carlos Alberto Ríos-Reyes; Walter Pardave-Livia.** Páginas 31-40

**Efecto de relaves mineros, cáscaras de yuca y desechos de cáscara de arroz en el desempeño y durabilidad de los ladrillos cocidos**

*Effect of mining tailings, cassava peels, and rice husk wastes on performance and durability of fired bricks*  
**Mario Alberto Saucedo-Coley; Carlos Alberto Ríos-Reyes; German Adolfo Díaz-Ramírez.** Páginas 41-53







## Cuantificación de Zearalenona en el arroz cultivado en Norte de Santander y su efecto citotóxico sobre las células HepG2

*Quantification of Zearalenone in rice cultivated in Norte de Santander and its cytotoxic effect on HepG2 cells*

Mayra Parada<sup>a</sup>; Nancy Jaimes<sup>b</sup>; Liliana Rojas<sup>c</sup>

a. Universidad de Pamplona, Facultad de Ciencias Básicas, Departamento de Biología, Grupo de Investigación en Biología Molecular y Genética (BIOMOGEN), Km 1 Vía Bucaramanga, Colombia; Mail: [mayra.parada@unipamplona.edu.co](mailto:mayra.parada@unipamplona.edu.co)

b. Universidad de Pamplona, Facultad de Ciencias Básicas, Departamento de Biología, Grupo de Investigación en Biología Molecular y Genética (BIOMOGEN), Km 1 Vía Bucaramanga, Colombia; Mail: [njaimes@unipamplona.edu.co](mailto:njaimes@unipamplona.edu.co)

c. Universidad de Pamplona, Facultad de Ciencias Básicas, Departamento de Microbiología, Grupo de Investigación en Microbiología y Biotecnología (GIMBIO), Km 1 Vía Bucaramanga, Colombia; Mail: [lorojas@unipamplona.edu.co](mailto:lorojas@unipamplona.edu.co)

Correspondencia: [mayra.parada@unipamplona.edu.co](mailto:mayra.parada@unipamplona.edu.co)

Recibido: Abril 12, 2023. Aceptado: Mayo 11, 2023. Publicado: Junio 10, 2023

### Resumen

La contaminación por micotoxinas en el arroz puede ser considerado un riesgo para la salud de los consumidores. Por lo tanto, el objetivo de esta investigación fue cuantificar la concentración de Zearalenona (ZEA) y determinar la presencia de *Fusarium* spp. en arroz de cultivo de 4 municipios de Norte de Santander, así mismo, evaluar el efecto citotóxico de un patrón de ZEA (10 µg/ml), a través del ensayo de bromuro de 3-(4,5-dimetil-2-tiazolil)-2, 5-difeniltetrazolio (MTT), y la inducción de cambios morfológicos apoptóticos por microscopía electrónica de transmisión en la línea celular HepG2. En los resultados obtenidos se pudo establecer la presencia de ZEA en 3 de las 15 muestras de arroz de cultivo analizadas en concentraciones entre 98 y 490 µg/Kg, de igual manera, se determinó, la presencia de *Fusarium* spp., presuntamente, teniendo en cuenta la caracterización fenotípica de acuerdo a la morfología macroscópica y microscópica, en tres medios de cultivo (PDA, Avena, DG18). Además, los resultados de citotoxicidad indicaron que ZEA causó una disminución notable de la actividad metabólica, y a su vez una reducción significativa en los porcentajes de proliferación celular, de manera dependiente de la concentración y el tiempo de exposición, ya que a partir de 5 µM se obtuvieron valores de 60,88 y 66,02%, a las 48 y 72 horas respectivamente; de igual manera, se evidenció la inducción de cambios morfológicos característicos de la muerte celular por apoptosis.

### Abstract

Mycotoxin contamination in rice can be considered a health risk for consumers. Therefore, the objective of this investigation was to quantify the concentration of Zearalenone (ZEA) and determine the presence of *Fusarium* spp. in cultivated rice in 4 municipalities of Norte de Santander, likewise, to evaluate the cytotoxic effect of a pattern of ZEA (10 µg/ml), through the assay of 3-(4,5-dimethyl-2-thiazolyl bromide)-2, 5-diphenyltetrazolium (MTT), and the induction of apoptotic morphological changes by transmission electron microscopy in the HepG2 cell line. In the results obtained, it was possible to establish the presence of ZEA in 3 of the 15 samples of cultivated rice analyzed in concentrations between 98 and 490 µg/Kg, in the same way, it was determined, the presence of *Fusarium* spp., presumably, taking into account the phenotypic characterization according to macroscopic and microscopic morphology, in three culture media (PDA, Oatmeal, DG18). In addition, the cytotoxicity results indicated that ZEA caused a notable decrease in metabolic activity, and in turn a significant reduction in the percentages of cell proliferation, depending on the concentration and exposure time, since from 5 µM values of 60.88 and 66.02% were obtained, at 48 and 72 hours respectively; similarly, the induction of morphological changes characteristic of cell death by apoptosis was evidenced.

**Palabras clave:** Apoptosis; Arroz; Citotoxicidad; Zearalenona.

**Keywords:** Apoptosis ; Rice; Cytotoxicity; Zearalenone

### 1. Introducción

Zearalenona (ZEA), ácido 6-(10-hidroxi-6-oxo-trans-1-undecenil) lactona del ácido β-resorcíclico, con fórmula molecular C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>O<sub>5</sub>, es una micotoxina estrogénica no esteroide, metabolito secundario de varias especies de *Fusarium* (*F. graminearum*, *F. crookwellense*, *F. culmorum*, *F. cerealis*, *F. equiseti*, *F. crookwellense* y *F. semitectum*) [1,2]. ZEA es termoestable a temperaturas altas (145-165°C), resistente al procesamiento de alimentos y se puede observar en los productos alimenticios finales [3]. Por lo que, es considerada una preocupación mundial constante,

ya que afecta la seguridad, calidad y las propiedades de alimentos como los granos de arroz [4]. Generalmente, los cereales y derivados, son más susceptibles a la contaminación de manera natural por micotoxinas como ZEA, debido a su almacenamiento inadecuado. La producción de micotoxinas se da especialmente en climas templados y cálidos antes de la cosecha. Su detección en altos niveles, es un problema importante para la seguridad alimentaria y la salud pública [5].

El principal blanco de esta micotoxina es el sistema reproductivo debido a la similitud estructural de ZEA y

algunos de sus metabolitos con las hormonas estrógeno. ZEA se une competitivamente a los receptores de estrógenos y provoca alteraciones en el tracto reproductivo de animales, así mismo, es capaz de inducir lesiones hepáticas con posterior desarrollo de hepatocarcinoma y alteraciones de algunos parámetros enzimáticos de la función hepática. Además, es así como ZEA se considera inmunotóxica, hepatotóxica, nefrotóxica, genotóxica y un potenciador de la peroxidación lipídica [6, 7]. Cuando los animales consumen alimentos contaminados con ZEA y/o sus formas modificadas, estas se absorben rápidamente en el intestino y son transportadas por la sangre para ser metabolizada en el hígado [2], alguna cantidad de micotoxina es secretada por el riñón y otra se acumula en diferentes órganos del cuerpo [3].

ZEA, es una de las micotoxinas, que ejerce diferentes mecanismos de toxicidad en diversos tipos de células, y dosis. ZEA y sus derivados, no sólo pueden estimular la proliferación celular, sino también inhibir la viabilidad e inducen la muerte celular, incluidas la apoptosis y necrosis. Un número creciente de estudios han sugerido que ZEA promueve la proliferación celular atribuyéndose a sus efectos similares al estrógeno. Además, otras investigaciones, han indicado que ZEA causó la muerte celular al afectar la distribución del ciclo celular, estimular el estrés oxidativo e inducir la apoptosis [8].

Por ejemplo, a una dosis baja de ZEA (0.01  $\mu\text{M}$ ) puede ejercer efectos similares al estrógeno y propiedades cancerígenas, que pueden estimular la proliferación de células; mientras a una dosis alta de ZEA puede causar la muerte celular al inducir la detención del ciclo celular, estrés oxidativo, daño al ADN, daño mitocondrial y apoptosis. Así es que, varios trabajos han revelado que ZEA puede inhibir la viabilidad celular y causar la apoptosis y la necrosis. Se reporta que, después del tratamiento con ZEA (15-60  $\mu\text{M}$ ) durante 24 h, se redujo notablemente la viabilidad de las células de Sertoli, y en las células embrionarias de riñón humano (HEK293) tratadas con ZEA (3-300  $\mu\text{M}$ ), podría causar una disminución significativa en la viabilidad celular, con valores de  $\text{CI}_{50}$  para ZEA de 80  $\mu\text{M}$ ; también se ha evidenciado necrosis en células mononucleares de sangre periférica humana [8].

La línea celular HepG2 se ha empleado como modelo para estudios *in vitro* debido a que tienen muchas de las propiedades de las células hepáticas primarias, incluyendo la activación metabólica [9] y constituyen un sistema de destino para la toxicidad de ZEA, siendo el hígado un sitio prominente para la metabolización y para los procesos oxidativos intensos en el cuerpo [10]. Cuando estas células se expusieron a 100  $\mu\text{M}$  de ZEA a diferentes tiempos de tratamiento (2, 4, 8, 24, 30, 48 y 60 horas), se encontró que se inhibió la viabilidad celular en una forma dependiente del tiempo y ocasionó el 90% de muerte celular después de 60 horas de tratamiento [11].

La apoptosis celular inducida por ZEA se registra a través de vías de señalización del estrés oxidativo del retículo

endoplasmático (RE), y mitocondrial. ZEA y sus metabolitos pueden causar estrés oxidativo y producir especies reactivas de oxígeno (ROS), dañando el ADN [12]. Estudios por microscopia electrónica, indican que, en las células de Sertoli, se examinaron los cambios ultraestructurales después del tratamiento con 5, 10 y 20  $\mu\text{g}/\text{mL}^{-1}$  de ZEA durante 24 horas, en las cuales observaron vacuolas en el citoplasma, rotura de las mitocondrias y daño en el aparato de Golgi [13].

La apoptosis se caracteriza por la condensación de la cromatina, el encogimiento del citoplasma y la formación de ampollas en la membrana, mientras que la necrosis implica la pérdida de la integridad de la membrana, la subsiguiente inflamación celular y la lisis [1,14].

El objetivo de la presente investigación fue cuantificar la concentración de ZEA en el arroz cultivado en algunos municipios de Norte de Santander; y estimar el efecto citotóxico de esta micotoxina en las células HepG2.

## 2. Metodología

**Áreas de estudio y muestras:** dentro de la investigación realizada se tomaron muestras de arroz en cultivos pertenecientes a los municipios de Cúcuta, El Zulia, Puerto Santander y Los Patios del departamento Norte de Santander. Se establecieron 15 muestras de arroz de cultivo las cuales fueron tomadas de los 4 municipios mencionados, y se almacenaron en bolsas de papel Kraft, seguidamente se procesaron y analizaron en el laboratorio de Biología Molecular y Genética (BIOMOGEN) de la Universidad de Pamplona, atendiendo a la codificación presentada en la tabla 1.

**Tabla 1.** Procedencia y codificación de las muestras de arroz de cultivo

CÓDIGO	PROCEDENCIA
M001	Cúcuta
M002	Cúcuta
M003	Cúcuta
M004	Cúcuta
M005	Los Patios
M006	El Zulia
M007	El Zulia
M008	El Zulia
M009	El Zulia
M010	Puerto Santander
M011	Puerto Santander
M012	Puerto Santander
M013	Los Patios
M014	Los Patios
M015	Los Patios

**Cuantificación de ZEA por HPLC:** se aplicó el método recomendado por la Norma Técnica Colombiana NTC 4881:2000, método de análisis de ZEA de ocurrencia natural,

el cual ha sido estandarizado en el laboratorio de toxicología de la Universidad Nacional de Colombia.

Para lograr la extracción se adicionó 25 g de arroz molido a una mezcla de acetonitrilo: agua (84:16), se filtró y se homogenizó la muestra con ácido acético glacial, seguido a esto, se realizó la purificación en una columna Micotox® 2004. El extracto purificado se diluyó (1:1) con agua para ser inyectado en el HPLC, de este modo, ZEA es separada de las posibles interferencias en una columna de fase reversa (octadecilsilano o RP-18) usando un cromatógrafo líquido de alta eficiencia (Cromatógrafo: Shimadzu Prominence; Inyector automático: SIL-20AHT; bomba cromatográfica: binaria LC -20AB; horno cromatográfico: CTO-20HT; columna analítica: Merck LiChroCART® 125 – 4 HPLC – Cartridge LiChrospher® 100 RP – 10 (5 µm); detector de fluorescencia de longitudes de onda variables: Fluorescencia (FLD) 20AXL).

La detección se logró a través de un espectrofotómetro de fluorescencia, el cual se acopla a un integrador – graficador para cuantificar la micotoxina utilizando un método de estándar externo [15].

**Aislamientos de hongos del género *Fusarium* spp.:** se tomaron cuatro granos de arroz de las muestras en las cuales se detectó la presencia de ZEA; y se colocaron en la superficie de placas con medio PDA (Difco Laboratories, Detroit, MI). Seguido a ello, se incubaron a 25°C durante 7 días; se observó el micelio crecido en los granos de arroz, se realizaron repiques hasta obtener un cultivo con apariencia pura, con características pertenecientes al género *Fusarium*, lo que se utilizó para evaluar la pigmentación y morfología de la colonia con base en las descripciones de Crous *et al.*, [16].

A partir de los cultivos aislados, se tomó un disco de 5 mm de diámetro del borde de las colonias y se llevó al centro de cada placa, para determinar la tasa de crecimiento del micelio en tres medios de cultivo PDA (Agar Papa Dextrosa), Avena y Glicerol Dicloran (DG18 %) (Oxoid, Basingstoke, UK). Las placas se incubaron a 25°C y se midió el diámetro de las colonias a los 3 y 7 días [17,18]. Se registró la morfología de las colonias, la pigmentación del micelio aéreo y la morfología de las esporas por microscopía óptica (Microscopio óptico Nikon).

**Liofilización de ZEA:** este proceso partió de un estándar de la micotoxina ZEA (Micotox® ZEA-HPLC; concentración 10 µg/ml de ZEA en metanol). Consistió en la diálisis en Buffer Tris a 25 mM (24 Horas/ 4°C en agitación), posteriormente se congeló durante 24 horas y finalmente se realizó la liofilización [19].

**Cultivo de la línea celular HepG2:** el cultivo de las células HepG2 se realizó en RPMI-1640 suplementado con suero fetal bovino al 10%, hasta obtener una confluencia del 80%,

seguidamente las células se disociaron con tripsina 0,25% y se sembraron en placas de cultivo de 96 pozos, a una densidad de 20,000 células/100µl, las placas se incubaron durante 24 horas para la adhesión celular y luego se adicionó la micotoxina liofilizada ZEA en DMSO a concentraciones de 1, 2.5, 5, 10, 15 µM durante 48 y 72 horas [19].

**Ensayo citotoxicidad:** el efecto de ZEA sobre la proliferación celular de HepG2 se determinó usando el ensayo MTT (bromuro de 3-(4,5-dimetil-2-tiazolil)-2,5-difeniltetrazolio). Después de 48 y 72 horas de tratamiento con la micotoxina ZEA, se evaluó la viabilidad celular adicionando 100 µl de MTT (0,5 mg/ml) y se incubó por 4 horas a 37°C, 5% CO<sub>2</sub> y 95% de humedad, luego las placas se lavaron con PBS, posteriormente, se adicionó 100 µl de isopropanol ácido para solubilizar los cristales de formazán durante 1 hora en agitación suave. Finalmente, se hizo lectura de la densidad óptica de la solución solubilizada a 492 nm (espectrofotómetro Tecan Spectra classic) [20]. El efecto de ZEA sobre las células HepG2, se calculó con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Inhibición} = \left[ 1 - \left( \frac{\text{Absorbancia media de células tratadas}}{\text{Absorbancia media del control}} \right) \right] \times 100 \quad (1)$$

La concentración inhibitoria (CI<sub>50</sub>), se evaluó por medio del cálculo de las curvas de inhibición del porcentaje-concentración. Para el ajuste de datos se utilizó el modelo no lineal hiperbólico. El análisis de regresión no lineal, permitió obtener los estimadores del modelo mediante mínimos cuadrados, usando como variable respuesta la dosis inhibitoria y como variable regresora la concentración de la micotoxina ZEA.

**Detección de la muerte celular por microscopía electrónica de transmisión (MET):** Se sembraron 3x10<sup>6</sup> células HepG2 en placas de cultivo durante 24 horas para permitir la adhesión celular, seguidamente las células HepG2 fueron expuestas a una concentración de ZEA de 10 µM durante 48 horas. Al finalizar el tiempo del tratamiento, la monocapa celular, se disoció con tripsina al 0,25%, se lavó con PBS y se centrifugó a 2000 rpm durante 10 minutos.

El pellet celular se fijó por un período de 1 a 2 horas en una mezcla 3:3 (glutaraldehídoformaldehído al 3 % en tampón cacodilato 0,1 M, pH 6,3). La suspensión celular se centrifugó a 2000 rpm durante 10 minutos, el pellet se lavó con tampón cacodilato y se postfijó por 3 a 12 horas en una solución de tetraóxido de osmio al 1% preparado en el mismo tampón cacodilato. Concluido este tiempo, el pellet se lavó con solución tampón y se deshidrató en concentraciones ascendentes de alcohol etílico seguido de óxido de propileno, y, por último, se infiltró el pellet celular con resina epoxídica a concentraciones ascendentes y se incluyó en resina epoxídica. Del pellet de células incluidas de 90 nanómetros de espesor, se contrastaron con citrato de plomo y acetato de uranilo para el análisis ultraestructural. Los cambios

morfológicos propios de la apoptosis en las células HepG2, se analizaron por microscopía electrónica de transmisión (H-7000, Hitachi) [19].

### 3. Resultados y Discusión

**Cuantificación de ZEA:** Las concentraciones de ZEA obtenidas para las 15 muestras de arroz en cultivo, se encuentran registrados en la tabla 2.

**Tabla 2.** Cuantificación de ZEA en las muestras de arroz en cultivo

CÓDIGO	ZEA ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
M001	N.D*
M002	N.D*
M003	N.D*
M004	N.D*
M005	N.D*
M006	N.D*
M007	N.D*
M008	N.D*
M009	98
M010	167
M011	490
M012	N.D*
M013	N.D*
M014	N.D*
M015	N.D*

(\*) No Detectable

La presencia de ZEA se detectó en el 20 % de las muestras analizadas procedentes de los municipios de El Zulia y Puerto Santander; en concentraciones que variaron entre 98 y 490  $\mu\text{g}/\text{Kg}$ . Municipios que, por su ubicación geográfica presentan condiciones ambientales propicias para el desarrollo de *Fusarium* spp., así como para la producción de ZEA que, depende en gran parte de factores como temperatura, humedad relativa y actividad de agua. Investigaciones han demostrado que los altos niveles de ZEA en granos, frecuentemente se encuentran en entornos cálidos y húmedos [15, 21] y se sintetiza a temperaturas de 25°C con un Aw de 0.96 [7].

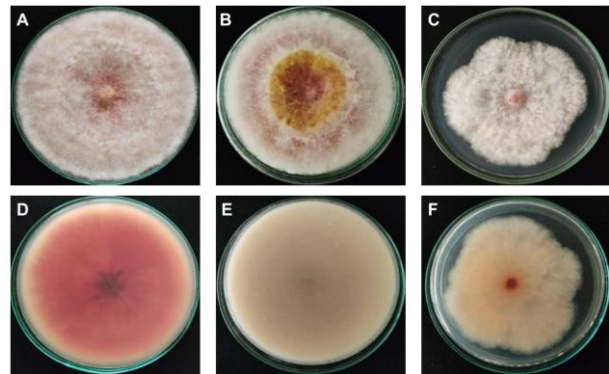
La cuantificación de ZEA en este estudio, coincide con reportes realizados en arroz en diferentes países, en España, Ibáñez-vea *et al.* [22] reportaron que el 50% de las muestras de arroz analizadas por Cromatografía Líquida de Ultra Alta Resolución (UHPLC), presentaban una contaminación con un nivel promedio de 5.22  $\mu\text{g}/\text{kg}$  de ZEA. Valores más altos de ZEA se detectaron por Cromatografía en Capa Fina (CCF) en muestras de arroz parbolizado en Brasil, con concentraciones entre 317- 396  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , en el 19% de las muestras analizadas [23].

En India, Rai *et al.* [24] detectaron ZEA en el 80% de las muestras de arroz analizadas con un promedio de 94.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , utilizando HPLC. En consecuencia, la contaminación por micotoxinas está influenciada por deficiencias en el manejo y almacenamiento del grano, daños causados por insectos o plagas, así como también, por distintos factores como

condiciones climáticas que desencadenan la proliferación de hongos filamentosos [25].

Es de gran importancia conocer la incidencia de hongos productores de micotoxinas en cereales como el arroz; ya que la continua exposición, puede ocasionar graves riesgos para la salud humana y animal [26]; además, el crecimiento de hongos es una de las principales causas del deterioro de los cereales [27].

**Aislamiento de *Fusarium* spp.:** Se corroboró morfológicamente la presencia de *Fusarium* spp. en las muestras donde se cuantificó ZEA. Como se evidencia en la Figura 1.



**Figura 1.** Características macroscópicas de *Fusarium* spp. (A-C) Anverso de la colonia de *Fusarium* spp. (D-F) Reverso de la colonia de *Fusarium* spp. en medio PDA, Avena, y DG18, respectivamente.

Se pudieron evidenciar las características morfológicas macroscópicas, como el color y la textura de las colonias. En medio PDA, se produjo gran cantidad de micelio aéreo algodonoso de color blanco, con tonalidades rosadas, mientras que en el reverso del agar se observaron pigmentos color rosa-púrpura. Del mismo modo, en el medio Avena, se presentó abundante micelio algodonoso con dos coloraciones diferentes, blanco y amarillo, tornándose rosado a medida que maduraba el cultivo, no presentó pigmentos al reverso del agar.

En el medio DG18, se obtuvo un micelio aéreo algodonoso blanco con centro rosado de crecimiento irregular, es decir, al medir el diámetro desde el centro a cualquier borde, la medida no era la misma. En el reverso se observó una pigmentación de color rosado en el centro y blanco en el resto del cultivo. Mediante el uso de estos medios de cultivo, se pudo conseguir una variación en la fuente de carbono aportada, siendo uno de los factores principales que influyen en el crecimiento fúngico, sin embargo, el color del micelio y pigmentos que desarrollan depende de la especie, y son muy variables, siendo blanco, crema, anaranjado, rosa, rojizo o púrpura. Lo anterior permite inferir que las características morfológicas de una especie que son comunes en un medio

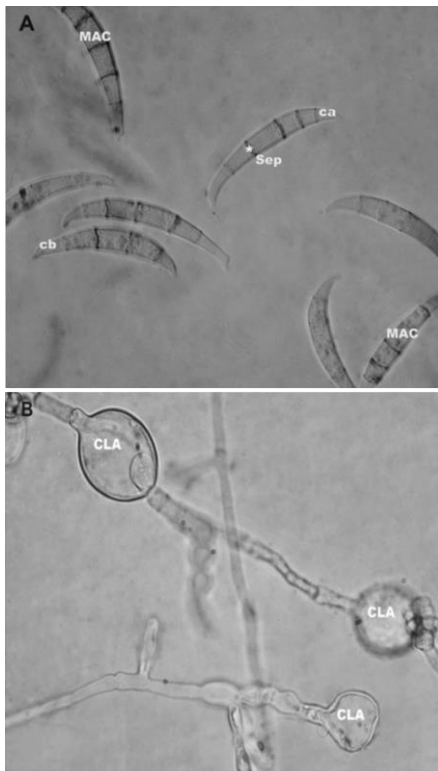
de cultivo, pueden perderse o alterarse cuando se realiza el aislamiento en un medio diferente [18].

En la tabla 3 se muestra el crecimiento de *Fusarium* spp. en los tres medios de cultivo, a partir del cultivo puro aislado, determinando que en PDA y Avena hubo mayor desarrollo, alcanzando en el séptimo día un diámetro de 90 mm, mientras que en el medio DG18, presentó un diámetro de 77 mm.

**Tabla 3.** Comparación del crecimiento micelial de *Fusarium* spp.

Medio de cultivo	Diámetro en mm	
	3 días	7 días
PDA	73	90
AVENA	70	90
DG18	42	77

Con respecto a la morfología microscópica, se evidenció la presencia de macroconidias, las cuales presentaron forma de medialuna, hialinas y multiseptadas (entre 4 y 5), y células apicales alargadas, curvadas y basales con forma de pie, como se evidencia en la Figura 2.



**Figura 2.** Características microscópicas de *Fusarium* spp. A)

Macroconidias; B) Clamidosporas. MAC: Macroconidias, Sep:septos, cb: célula basal, ca: célula apical, CLA: Clamidosporas.

Se observaron estructuras de resistencia como las clamidosporas, globosas, lisas de doble pared, simples, tanto en orientaciones terminal e intercalar, las cuales permitieron la identificación presuntiva a nivel de género que generalmente se realiza a partir de la apariencia de la colonia, seguido de la confirmación microscópica [28]. Sin embargo,

el conocimiento taxonómico de *Fusarium* spp. es limitado debido a la similitud de las especies y la insuficiencia de caracteres morfológicos distintivos, con identificación basada en macro y microconidios en varias especies, identificación basada en macro y microconidios en varias especies [18].

Los resultados obtenidos son semejantes a los reportados por Husna *et al.* [29], quienes aislaron a *Fusarium* spp., de la raíz, tallo, hojas y semillas de plantas de arroz. En medio PDA, reportaron el diámetro de las colonias después de 3 días de incubación el cual fue en promedio de 54.5 mm. Además, los macroconidios nacidos en los esporodocios estaban constituidos por tres septos, fusiformes o en media luna, con células apicales ligeramente curvada y células basales en forma de pie. Las clamidosporas se produjeron abundantemente, en orientación intercalar, terminal, solos o en pares.

En consecuencia, no sólo se detectaron niveles considerables de ZEA en el arroz de cultivo, sino que, además, se estableció la presencia de *Fusarium* spp., reconociendo que este es uno de los principales hongos toxigénicos.

### Efecto citotóxico de ZEA sobre células HepG2

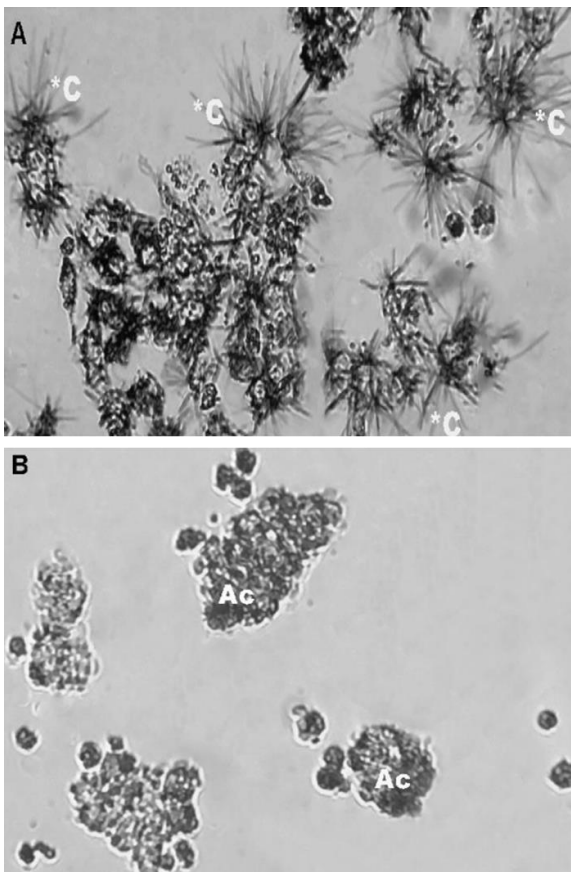
La viabilidad se determinó por la capacidad de formación de los cristales de formazán por las células HepG2 metabólicamente activas. Las células que no fueron expuestas a ZEA, presentaron una actividad metabólica, debido a la reducción del MTT en cristales de formazán (Figura 3A), en comparación con las células tratadas por 72 horas con una concentración de 15  $\mu$ M, en las cuales la formación de cristales de formazán por la actividad metabólica no se observó, por lo tanto, se evidencia el efecto antiproliferativo que causa ZEA en las células HepG2 como se muestra en la Figura 3B.

Con el tratamiento a diferentes concentraciones de ZEA (1, 2.5, 5, 10 y 15  $\mu$ M), mostró que causó efectos citotóxicos sobre la proliferación de las células HepG2. En las Figuras 4A y 4B, se evidenció que ZEA promueve la inhibición de la proliferación celular, de manera dependiente de la concentración a las 48 y 72 horas de exposición, por lo tanto, se observó un efecto significativo a partir de 5  $\mu$ M (60,88% DE $\pm$ 3,89 y 66,02% DE $\pm$ 4,13) en comparación con el control (97,78% DE $\pm$ 0,27 y 98,57% DE $\pm$  0,57), respectivamente (p<0,0001).

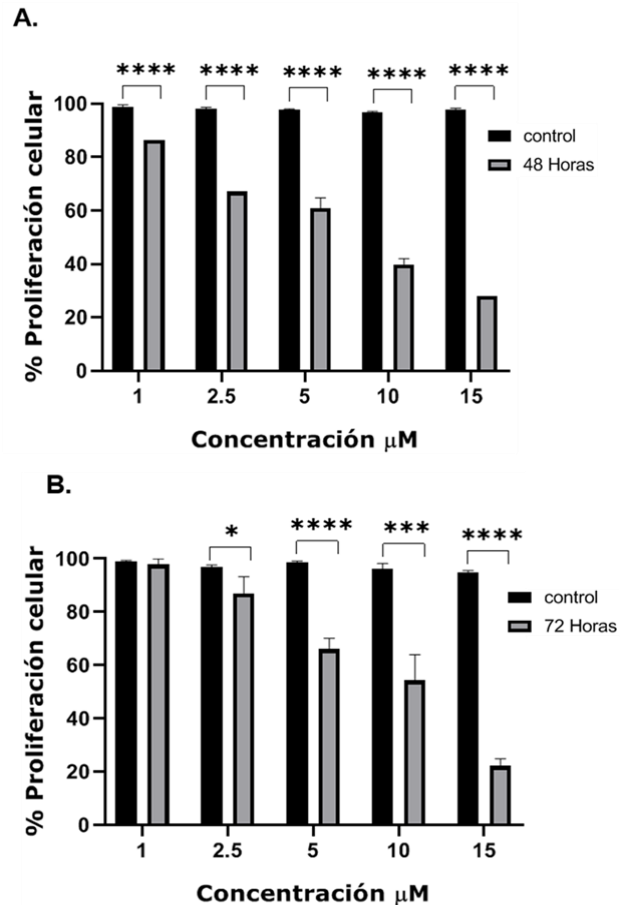
Así mismo, a mayor tiempo de exposición con ZEA (72 h), mayor fue el efecto de la concentración (15  $\mu$ M), sobre el porcentaje de proliferación celular, el cual fue reducido significativamente (22,22% DE $\pm$  2.63), comparado con el porcentaje obtenido a las 48 horas (28,25%) (p<0,0001).



Estudios citotóxicos de ZEA a concentraciones entre 20 y 220  $\mu\text{M}$  durante una exposición de 24 horas en células HepG2 indican reducción de la proliferación celular hasta un 55% de manera dependiente de la dosis [30]. Otros estudios indican que esta micotoxina provoca una marcada disminución de la viabilidad celular en función de la dosis (100  $\mu\text{M}$ ) y el tiempo (hasta 60 horas) en células HepG2 [31]. También se reporta que ZEA y sus metabolitos inhibieron el crecimiento celular de células HepG2 de manera dependiente de la dosis y el tiempo [32], así como en las líneas celulares de intestino humano HCT116 y riñón HEK293 indujo una marcada disminución de la viabilidad celular de manera dependiente de la dosis (25 a 200  $\mu\text{M}$ ) [33]. Además, la viabilidad de las células TM4 disminuyó de manera dependiente de la dosis después del tratamiento con 1 hasta 100  $\mu\text{M}$  ZEA durante 24 h en comparación con el grupo control. Estos datos revelaron que ZEA podría inhibir el crecimiento de las células TM4 [12].



**Figura 3.** Evaluación de la actividad metabólica en las células HepG2 por reducción de MTT. A) Células HepG2 sin tratar. B) Células HepG2 expuestas a 15  $\mu\text{M}$  de ZEA durante 48 horas. Aumento:400. C= Cristales de Formazán, Ac= Agrupación celular.



**Figura 4.** Proliferación de las células HepG2 tratadas con diferentes concentraciones de ZEA (1, 2.5, 5, 10 y 15  $\mu\text{M}$ ).

Del mismo modo, induce citotoxicidad en células hepáticas humanas CCL13 al inhibir la proliferación celular (> 50%) de manera dependiente de la dosis (10 a 150  $\mu\text{M}$ ) y tiempo de 12 y 24 horas de exposición a concentraciones de ZEA de hasta 200  $\mu\text{M}$  [34]. Así mismo, ZEA disminuyó la viabilidad celular (36%) en leucocitos humanos con un efecto citotóxico dependiente de la concentración a un tiempo de exposición corto (1 hora) [35]. También, ZEA posee una acción inhibidora en la proliferación de células MTEC1 (línea celular epitelial tímica 1). Igualmente, en linfocitos T activados, con tratamiento por 24 horas de ZEA a concentraciones entre 10 a 40  $\mu\text{M}$ , se observó que, disminuyó la viabilidad celular [36] y a 40  $\mu\text{M}$  inhibió significativamente la proliferación de IPEC-J2 (línea celular epitelial intestinal de cerdo) [37]. De esta manera, células de la granulosa porcina se expusieron a concentraciones entre 10 y 30  $\mu\text{M}$  de ZEA durante 24 horas, evidenciándose una reducción en la proliferación de manera dependiente de la dosis [38]. Finalmente, ZEA a concentraciones hasta 200  $\mu\text{M}$  y a 36 horas exposición, redujo la proliferación de células de Sertoli de rata de manera dependiente de la dosis [39].

Además, los resultados revelaron que la concentración inhibitoria ( $CI_{50}$ ) obtenida después de las 48 y 72 horas del tratamiento celular con ZEA, indujo una reducción en la proliferación celular en función de la dosis y el tiempo de exposición puesto que, a las 48 horas, el valor de  $CI_{50}$  fue de  $6,40 \mu\text{M DE}\pm 0,33$  y a las 72 horas la  $CI_{50}$  fue mayor con un valor de  $9,41 \mu\text{M DE}\pm 0,64$ . De modo que, a mayor tiempo, mayor es la  $CI_{50}$  necesaria para inhibir el 50% de la población celular de HepG2. Teniendo en cuenta estos resultados, se observó que, el efecto citotóxico sobre las células HepG2 es mayor a medida que aumenta la concentración de ZEA, indicando que la exposición a esta micotoxina afecta la viabilidad celular y por ende genera pérdida de la actividad metabólica evidenciándose efecto antiproliferativo de esta micotoxina sobre las células HepG2.

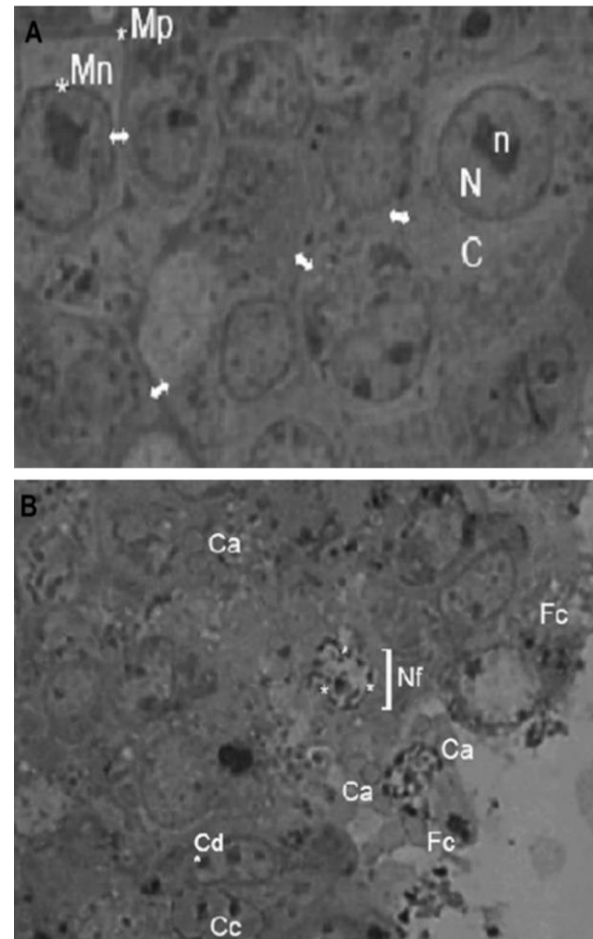
Se reporta una  $CI_{50}$  desde  $100 \mu\text{M}$  hasta  $268 \mu\text{M}$  de ZEA para diferentes células, por ejemplo, para HepG2 [11, 10, 40] y CCL13 después del tratamiento por 24 horas [34]. Estos resultados muestran que ZEA es citotóxica, además, en células como los neutrófilos polimorfonucleares (PMN), también tienen efecto citotóxico y en células HepG2 y CHO-K1 causa estrés oxidativo [32, 40]. Por otro lado, para las células HCT116 y HEK293 después del tratamiento con ZEA por 24 horas los valores de la  $CI_{50}$  fueron de  $100$  y  $75 \mu\text{M}$ , respectivamente [33]. La citotoxicidad que causa ZEA en las células HepG2 se relaciona con el estrés oxidativo y daño en el ADN [12]. En células de Sertoli de rata la  $CI_{50}$  fue de  $150 \mu\text{M}$  después 24 horas de tratamiento con ZEA [39].

No obstante, los resultados obtenidos variaron, debido a las condiciones evaluadas en este estudio, tales como la liofilización de la micotoxina, el tipo de línea celular, concentraciones, tiempo de exposición y las características del patrón utilizado, lo que permitió evidenciar que el efecto citotóxico de ZEA sobre las células HepG2, es mayor a medida que aumenta la concentración y el tiempo. De tal modo, se puede inferir que la exposición a ZEA genera disminución en la proliferación celular, pérdida de la actividad metabólica y causa la muerte en diferentes tipos de células [8].

### Cambios morfológicos en células HepG2 causados por ZEA

Mediante microscopía electrónica de transmisión se observaron los cambios morfológicos de HepG2 después del tratamiento con  $10 \mu\text{M}$  de ZEA durante 48 horas. En la figura 5A las células HepG2 del grupo control, se observó células con el núcleo de forma redondeada con zonas electrodensas donde se ubica la cromatina y uno o varios nucléolos en comparación con las zonas electrodensas que representan el nucleoplasma y el citoplasma, además, la membrana plasmática y nuclear se mantienen intacta con uniones célula a célula en la monocapa, conservando la morfología epitelial (Figura 5).

En las células HepG2 tratadas con  $10 \mu\text{M}$  de ZEA se evidenciaron los siguientes cambios morfológicos como son contracción celular, reducción del volumen celular (picnosis) pérdida del contacto célula a célula, cromatina dispersa y condensada, fragmentación nuclear (cariorexis), formación de vesículas en la membrana plasmática, pero manteniendo intacta la membrana plasmática, y finalmente la fragmentación celular y formación de los cuerpos apoptóticos (Figura 5B). Estos cambios morfológicos pueden estar relacionados con un proceso apoptótico en la célula HepG2 inducido por la micotoxina ZEA.



**Figura 5.** Microscopía electrónica de transmisión de las células HepG2 expuestas a  $10 \mu\text{M}$  de ZEA durante 48 horas. A) Control negativo. B) Células tratadas con  $10 \mu\text{M}$  de ZEA. Aumento: 4.000X. Mp= Membrana Plasmática, C= Citoplasma, N= Núcleo, n= nucléolo, Mn= Membrana nuclear, Cm= Cromatina, Flecha con doble punta= Contacto célula a célula, Nf= Núcleo fragmentado, Cd= Cromatina dispersa, Ca= Cuerpos apoptóticos, Fc= Fragmentación celular, Cc= Célula contraída.

En estudios por microscopía electrónica indican que las células TM4 mostraron cambios morfológicos, incluidos la fragmentación nuclear, la condensación de la cromatina y la distribución desigual de la cromatina nuclear. Las alteraciones significativas de las mitocondrias fueron en las crestas mitocondriales y la matriz. Las membranas de las crestas mitocondriales se rompieron y deformaron y se

volvieron borrosas e incluso desaparecieron. La matriz mitocondrial también se volvió invisible. Estos datos sugirieron que ZEA puede inducir la muerte celular y la apoptosis [41].

También se reporta cambios en el núcleo inducidos por ZEA en células MTEC1, donde se encontró condensación de la cromatina y núcleos más grande [42], así como en linfocitos T activados, ZEA a concentración de 20  $\mu$ M durante 48 horas de tratamiento provocó daños en la ultraestructura intracelular en las que se detectaron: perforación de la membrana celular, aumento de la heterocromatina nuclear, vascularización de las mitocondrias y citoplasma [36]. Igualmente, al tratar con ZEA las células de Leydig de los testículos de rata por 12 horas, estas mostraron cambios morfológicos de la apoptosis como son condensación de la cromatina, fragmentación nuclear y formación de cuerpos apoptóticos [43].

#### 4. Conclusiones

Partiendo de los resultados obtenidos dentro de la investigación, se pudo concluir que en el 20 % (3 de 15) de las muestras de arroz de cultivo tomadas de los municipios de Cúcuta, Los Patios, El Zulia, y Puerto Santander, se cuantificó y evidenció la presencia de ZEA. Estos resultados indican que puede existir un riesgo para la salud; ya que, la micotoxina induce diferentes efectos citotóxicos, hepatotóxicos, carcinogénicos, estrogénicos y genotóxicos, entre otros; relacionados con la muerte celular en diferentes tipos de células, por esta razón, surge la necesidad de establecer medidas preventivas por parte de los organismos de control y de esta manera, fijar valores límites máximos permitidos en alimentos como el arroz.

A partir de las muestras que se detectó y cuantificó ZEA, se aisló e identificó morfológicamente el hongo toxigénico *Fusarium* spp., a partir de la descripción macroscópica y microscópica., por lo anterior, es de gran importancia realizar detecciones consecutivas, tanto de las micotoxinas como del hongo, en atención a los efectos adversos para la salud.

Las características observadas con el ensayo MTT y por microscopía electrónica de transmisión permitieron evidenciar que ZEA ejerció un efecto citotóxico sobre las células HepG2, disminuyendo la actividad metabólica, y, como consecuencia de ello, causando un efecto antiproliferativo de manera dependiente a la concentración y al tiempo de exposición; induciendo cambios morfológicos relacionados con la muerte celular por apoptosis, como la reducción del volumen celular, pérdida del contacto célula-célula, condensación y dispersión de la cromatina, formación de vesículas, fragmentación nuclear y celular, y formación de cuerpos apoptóticos.

#### Agradecimientos

A la Universidad de Pamplona por la financiación de esta investigación. Al semillero de investigación en Biología Molecular y Genética (BIOMOGEN). Al Centro de Microscopía Electrónica “Dr. Ernesto Palacios Prú”; Al Instituto de Inmunología Clínica (Mérida, Venezuela). Al Grupo de Investigación en Microbiología y Biotecnología (GIMBIO). Al laboratorio de Toxicología de la Universidad Nacional de Colombia.

#### Referencias

- [1] Zhang, X. Chen, C. Gueydan, y J. Han, «Plasma membrane changes during programmed cell deaths», *Cell Res.*, vol. 28, n.º 1, pp. 9-21, ene. 2018, doi: 10.1038/cr.2017.133.
- [2] Liu y T. Applegate, «Zearalenone (ZEN) in Livestock and Poultry: Dose, Toxicokinetics, Toxicity and Estrogenicity», *Toxins*, vol. 12, n.º 6, p. 377, jun. 2020, doi: 10.3390/toxins12060377.
- [3] Ben Salah-Abbès, H. Belgacem, K. Ezzdini, M. A. Abdel-Wahhab, y S. Abbès, «Zearalenone nephrotoxicity: DNA fragmentation, apoptotic gene expression and oxidative stress protected by *Lactobacillus plantarum* MON03», *Toxicon*, vol. 175, pp. 28-35, feb. 2020, doi: 10.1016/j.toxicon.2019.12.004.
- [4] Chandravarman, D. Agyei, y A. Ali, «Green and sustainable technologies for the decontamination of fungi and mycotoxins in rice: A review», *Trends Food Sci. Technol.*, vol. 124, pp. 278-295, jun. 2022, doi: 10.1016/j.tifs.2022.04.020.
- [5] Golge y B. Kabak, «Occurrence of deoxynivalenol and zearalenone in cereals and cereal products from Turkey», *Food Control*, vol. 110, p. 106982, abr. 2020, doi: 10.1016/j.foodcont.2019.106982.
- [6] Kowalska, D. E. Habrowska-Górczyńska, K. A. Urbanek, K. Domińska, A. Sakowicz, y A. W. Piastowska-Ciesielska, «Estrogen receptor  $\beta$  plays a protective role in zearalenone-induced oxidative stress in normal prostate epithelial cells», *Ecotoxicol. Environ. Saf.*, vol. 172, pp. 504-513, may 2019, doi: 10.1016/j.ecoenv.2019.01.115.
- [7] Han *et al.*, «Research Progress of Safety of Zearalenone: A Review», *Toxins*, vol. 14, n.º 6, Art. n.º 6, jun. 2022, doi: 10.3390/toxins14060386.
- [8] Zheng *et al.*, «Zearalenone Promotes Cell Proliferation or Causes Cell Death?», *Toxins*, vol. 10, n.º 5, p. 184, may 2018, doi: 10.3390/toxins10050184.
- [9] Polidoro, E. Ferrari, S. Marzorati, A. Leo, y M. Rasponi, «Experimental liver models: From cell culture techniques to microfluidic organs-on-chip», *Liver Int.*, vol. 41, n.º 8, pp. 1744-1761, 2021, doi: 10.1111/liv.14942.
- [10] Karaman, M. Zeybel, y S. Ozden, «Evaluation of the epigenetic alterations and gene expression levels of HepG2 cells exposed to zearalenone and  $\alpha$ -zearalenol», *Toxicol. Lett.*, vol. 326, pp. 52-60, jun. 2020, doi: 10.1016/j.toxlet.2020.02.015.
- [11] Gazzah, E. El Golli Bennour, C. Bouaziz, S. Abid, M. Ladjimi, y H. Bacha, «Sequential events of apoptosis induced by zearalenone in cultured hepatocarcinoma cells», *Mycotoxin Res.*, vol. 26, n.º 3, pp. 187-197, ago. 2010, doi: 10.1007/s12550-010-0053-8.
- [12] Zheng *et al.*, «ROS-Mediated Cell Cycle Arrest and Apoptosis Induced by Zearalenone in Mouse Sertoli Cells via ER Stress and the ATP/AMPK Pathway», *Toxins*, vol. 10, n.º 1, p. 24, ene. 2018, doi: 10.3390/toxins10010024.
- [13] Zheng *et al.*, «Zearalenone impairs the male reproductive system functions via inducing structural and functional alterations of sertoli cells», *Environ. Toxicol. Pharmacol.*, vol. 42, pp. 146-155, mar. 2016, doi: 10.1016/j.etap.2016.01.013.
- [14] Aizawa, G. Brar, y H. Tsukamoto, «Cell Death and Liver Disease», *Gut Liver*, vol. 14, n.º 1, pp. 20-29, ene. 2020, doi: 10.5009/gnl18486.
- [15] Rojas Contreras y A. X. Roig Sagués, Estudio de la incidencia de aflatoxinas, zearalenona y desoxinivalenol en el arroz producido en las principales zonas arroceras de Colombia. 2021.



- [16] W. Crous *et al.*, «Fusarium: more than a node or a foot-shaped basal cell», *Stud. Mycol.*, vol. 98, p. 100116, mar. 2021, doi: 10.1016/j.simyco.2021.100116.
- [17] Gupta, A. Misra, y R. Gaur, «Growth Characteristics of Fusarium Spp. Causing Wilt Disease in Psidium Guajava L. in India», *J. Plant Prot. Res.*, 2010, doi: 10.2478/v10045-010-0076-3.
- [18] Moura, L. A. M. de Castro, M. P. Culik, A. A. R. Fernandes, P. M. B. Fernandes, y J. A. Ventura, «Culture medium for improved production of conidia for identification and systematic studies of Fusarium pathogens», *J. Microbiol. Methods*, vol. 173, p. 105915, jun. 2020, doi: 10.1016/j.mimet.2020.105915.
- [19] Garzón-González, N. Jaimes-Mendez, L. Rojas-Contreras, S. Salmen-Halabi, y M. A. Gil-Durán, «Efecto citotóxico de Deoxinivalenol sobre la proliferación de la línea celular HepG2», *Rev. MVZ Córdoba*, vol. 26, n.º 3, Art. n.º 3, ago. 2021, doi: 10.21897/rmvz.2080.
- [20] Oh y J. Hong, «Application of the MTT-based colorimetric method for evaluating bacterial growth using different solvent systems», *LWT*, vol. 153, p. 112565, ene. 2022, doi: 10.1016/j.lwt.2021.112565.
- [21] Ropejko y M. Twarużek, «Zearalenone and Its Metabolites—General Overview, Occurrence, and Toxicity», *Toxins*, vol. 13, n.º 1, Art. n.º 1, ene. 2021, doi: 10.3390/toxins13010035.
- [22] Ibáñez-Vea, R. Martínez, E. González-Peñas, E. Lizarraga, y A. López de Cerain, «Co-occurrence of aflatoxins, ochratoxin A and zearalenone in breakfast cereals from spanish market», *Food Control*, vol. 22, n.º 12, pp. 1949-1955, dic. 2011, doi: 10.1016/j.foodcont.2011.05.008.
- [23] Dors, V. da S. Bierhals, y E. Badiale-Furlong, «Parboiled rice: chemical composition and the occurrence of mycotoxins», *Food Sci. Technol.*, vol. 31, pp. 172-177, mar. 2011, doi: 10.1590/S0101-20612011000100025.
- [24] Rai, S. Dixit, S. P. Singh, N. K. Gautam, M. Das, y A. Tripathi, «Presence of Zearalenone in Cereal Grains and Its Exposure Risk Assessment in Indian Population», *J. Food Sci.*, vol. 83, n.º 12, pp. 3126-3133, 2018, doi: 10.1111/1750-3841.14404.
- [25] Gruber-Dorninger, T. Jenkins, y G. Schatzmayr, «Global Mycotoxin Occurrence in Feed: A Ten-Year Survey», *Toxins*, vol. 11, n.º 7, Art. n.º 7, jul. 2019, doi: 10.3390/toxins11070375.
- [26] Amirahmadi, S. Shoeibi, H. Rastegar, M. Elmi, y A. Mousavi Khaneghah, «Simultaneous analysis of mycotoxins in corn flour using LC/MS-MS combined with a modified QuEChERS procedure», *Toxin Rev.*, vol. 37, n.º 3, pp. 187-195, jul. 2018, doi: 10.1080/15569543.2017.1354306.
- [27] Kadakal y T. K. Tepe, «Is ergosterol a new microbiological quality parameter in foods or not?», *Food Rev. Int.*, vol. 35, n.º 2, pp. 155-165, feb. 2019, doi: 10.1080/87559129.2018.1482495.
- [28] «Fungi producing significant mycotoxins», *IARC Sci. Publ.*, n.º 158, pp. 1-30, 2012.
- [29] Husna, L. Zakaria, y N. M. I. Mohamed Nor, «Fusarium commune associated with wilt and root rot disease in rice», *Plant Pathol.*, vol. 70, n.º 1, pp. 123-132, 2021, doi: 10.1111/ppa.13270.
- [30] Ayed-Boussema *et al.*, «The mycotoxin Zearalenone induces apoptosis in human hepatocytes (HepG2) via p53-dependent mitochondrial signaling pathway», *Toxicol. In Vitro*, vol. 22, n.º 7, pp. 1671-1680, oct. 2008, doi: 10.1016/j.tiv.2008.06.016.
- [31] Gazzah, L. Camoin, S. Abid, C. Bouaziz, M. Ladjimi, y H. Bacha, «Identification of proteins related to early changes observed in Human hepatocellular carcinoma cells after treatment with the mycotoxin Zearalenone», *Exp. Toxicol. Pathol.*, vol. 65, n.º 6, pp. 809-816, sep. 2013, doi: 10.1016/j.etp.2012.11.007.
- [32] Tatay, G. Meca, G. Font, y M. J. Ruiz, «Cytotoxic and interactive effects of zearalenone, alpha-zearalenol and beta-zearalenol and formation of metabolites in HepG2 cells», *Rev Toxicol*, pp. 187-195, 2014.
- [33] Ben Salem *et al.*, «Crocic acid and Quercetin protect HCT116 and HEK293 cells from Zearalenone-induced apoptosis by reducing endoplasmic reticulum stress», *Cell Stress Chaperones*, vol. 20, n.º 6, pp. 927-938, nov. 2015, doi: 10.1007/s12192-015-0613-0.
- [34] Lee *et al.*, «Cytotoxicity and the induction of the stress protein Hsp 70 in Chang liver cells in response to zearalenone-induced oxidative stress», *Environ. Toxicol. Pharmacol.*, vol. 36, n.º 2, pp. 732-740, sep. 2013, doi: 10.1016/j.etap.2013.06.005.
- [35] Morlett, M. Viera-Limón, C. Sierra-Rivera, D. Luque Contreras, y A. Zugasti-Cruz, «Zearalenone Induced Cytotoxicity and Oxidative Stress in Human Peripheral Blood Leukocytes», *Toxicol Open Access*, vol. 1, p. 102, oct. 2015, doi: 10.4172/2476-2067.1000102.
- [36] Cai *et al.*, «Decrease in immune function and the role of mitogen-activated protein kinase (MAPK) overactivation in apoptosis during T lymphocytes activation induced by zearalenone, deoxynivalenol, and their combinations», *Chemosphere*, vol. 255, p. 126999, sep. 2020, doi: 10.1016/j.chemosphere.2020.126999.
- [37] Wang *et al.*, «Transcriptional profiling of zearalenone-induced inhibition of IPEC-J2 cell proliferation», *Toxicol. Off. J. Int. Soc. Toxicology*, vol. 172, pp. 8-14, oct. 2019, doi: 10.1016/j.toxicol.2019.10.004.
- [38] Liu *et al.*, «Mycotoxin zearalenone exposure impairs genomic stability of swine follicular granulosa cells in vitro», *Int. J. Biol. Sci.*, vol. 14, n.º 3, pp. 294-305, feb. 2018, doi: 10.7150/ijbs.23898.
- [39] Xu, J. Hu, B.-P. Guo, Y.-R. Niu, C. Xiao, y Y.-X. Xu, «Exploration of intrinsic and extrinsic apoptotic pathways in zearalenone-treated rat sertoli cells», *Environ. Toxicol.*, vol. 31, n.º 12, pp. 1731-1739, 2016, doi: 10.1002/tox.22175.
- [40] Tatay, S. Espín, A.-J. García-Fernández, y M.-J. Ruiz, «Oxidative damage and disturbance of antioxidant capacity by zearalenone and its metabolites in human cells», *Toxicol. In Vitro*, vol. 45, pp. 334-339, dic. 2017, doi: 10.1016/j.tiv.2017.04.026.
- [41] Zheng *et al.*, «Zearalenone altered the cytoskeletal structure via ER stress- autophagy- oxidative stress pathway in mouse TM4 Sertoli cells», *Sci. Rep.*, vol. 8, n.º 1, Art. n.º 1, feb. 2018, doi: 10.1038/s41598-018-21567-8.
- [42] Zhang *et al.*, «Transcriptional profiling analysis of Zearalenone-induced inhibition proliferation on mouse thymic epithelial cell line 1», *Ecotoxicol. Environ. Saf.*, vol. 153, pp. 135-141, may 2018, doi: 10.1016/j.ecoenv.2018.01.005.
- [43] Wang *et al.*, «Zearalenone induces apoptosis and cytoprotective autophagy in primary Leydig cells», *Toxicol. Lett.*, vol. 226, n.º 2, pp. 182-191, abr. 2014, doi: 10.1016/j.toxlet.2014.02.003.



# Cálculo del potencial de Bohm a partir de la solución de la ecuación de

## Ermakov

*Calculation of the Bohm potential from the solution of the Ermakov equation*

Jairo Alonso Mendoza S.<sup>a</sup>; Juan Carlos López C.<sup>b</sup>; Rosalba Mendoza Suárez<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Universidad de Pamplona, Departamento de Física-Geología, Colombia.

<sup>b</sup> Universidad de Pamplona, Departamento de Matemáticas, Colombia.

Correspondencia: jairoam@unipamplona.edu.co

Recibido: Octubre 25, 2022. Aceptado: Abril 21, 2023. Publicado: Junio 10, 2023

### Resumen

Usando el formalismo de Madelung-Bohm de la mecánica cuántica y teniendo en cuenta la relación con la ecuación de Ermakov, en el presente trabajo solucionamos en forma general la ecuación de Ermakov y presentamos aplicaciones relacionadas con el oscilador armónico simple tomando un potencial dependiente del tiempo, en el cual se calculan los potenciales de Bohm para cada ejemplo dado.

**Palabras clave:** Potencial de Bohm; Ecuación de Ermakov; Formulación de Madelung; Hidrodinámica cuántica.

### Abstract:

Using the Madelung-Bohm formalism of quantum mechanics and taking into account the relationship with the Ermakov equation, in this work we solve the Ermakov equation in a general form and present applications related to the simple harmonic oscillator with a time-dependent potential, where we calculate the Bohm potentials for each given example.

**Keywords:** Bohm potential; Ermakov equation; Madelung formulation; Quantum hydrodynamics.

## 1. Introducción

En este trabajo presentamos el cálculo del potencial de Bohm a partir de la relación encontrada con la ecuación de Ermakov, se parte de la formulación de Madelung de la mecánica cuántica, recordando que las ecuaciones de Madelung [1], o las ecuaciones de la hidrodinámica cuántica, son la formulación alternativa equivalente de Erwin Madelung de la ecuación de Schrödinger, escrita en términos de variables hidrodinámicas, similar a las ecuaciones de dinámica de fluidos de Navier-Stokes [2, 3, 4]. La derivación de las ecuaciones de Madelung es similar a la formulación de De Broglie-Bohm, que representa la ecuación de Schrödinger como una ecuación cuántica de Hamilton-Jacobi [5, 6, 7, 8, 9, 10].

Para el estudio tomamos como base el oscilador armónico dependiente del tiempo, este es uno de los temas mas relevantes en la mecánica cuántica, debido a la relevancia que tiene en el moldeamiento de sistemas reales, su relevancia esta mas que definida en las diferentes ramas de la mecánica cuántica, la solución al oscilador dependiente del tiempo se ha presentado en la literatura de diferentes formas, se hace un tratamiento de la mecánica clásica a la mecánica cuántica en [11], o en funciones

de Green como en [12].

Se ha usado en el desarrollo algebraico el operador evolución, que fue presentado como opción de solución a la ecuación de Schrödinger en [13], se ha solucionado en diferentes escenarios y desarrollando aplicaciones a diversos sistemas físicos.

En el presente trabajo usamos el formalismo de operadores (en particular el operador momento) análogo a [14] la contribución se basa en el desarrollo más profundo y general del problema, se inicia el desarrollo presentando el enfoque unidimensional de Madelung-Bohm, luego se introduce el formalismo de operadores, en esta sección aparece la relación con la ecuación de Ermakov; el principal aporte del trabajo se desglosa en la sección (4.), donde se presenta en detalle una solución general a la ecuación, luego se presentan dos ejemplos en detalle para el cálculo del potencial de Bohm, primero un potencial independiente del tiempo y seguido uno dependiente del tiempo; finalmente se presentan las conclusiones obtenidas.

## 2. Enfoque unidimensional de Madelung-Bohm

Partiendo de la ecuación fundamental de la mecánica cuántica, la ecuación de Schrödinger, y considerando el sistema en una dimensión con un potencial unidimensional  $V(x, t)$  se tiene (por

simplicidad se asume en este trabajo que  $\hbar = 1$ )

$$i \frac{\partial \psi(x, t)}{\partial t} = -\frac{1}{2m} \frac{\partial^2 \psi(x, t)}{\partial x^2} + V(x, t) \psi(x, t), \quad (1)$$

con  $\psi(x, t)$  la función de onda del sistema mecánico cuántico. Tomando la descomposición polar de la función de onda [15, 16, 17]

$$\psi(x, t) = A(x, t) e^{iS(x, t)}, \quad (2)$$

con  $A(x, t)$  y  $S(x, t)$  funciones reales que dependen de la posición y del tiempo, separando la parte real e imaginaria al sustituir (2) en (1) se obtienen las siguientes ecuaciones

$$\frac{\partial S}{\partial t} + \frac{1}{2m} (\vec{\nabla} S)^2 + V - \frac{1}{2m} \frac{\nabla^2 A}{A} = 0, \quad (3)$$

$$\frac{\partial A^2}{\partial t} + \vec{\nabla} \left( A^2 \frac{\vec{\nabla} S}{m} \right) = 0, \quad (4)$$

la ecuación (3) corresponde a la ecuación cuántica de Hamilton-Jacobi, la cual es similar a la contraparte clásica, y la ecuación (4) es la ecuación de continuidad, (que garantiza la conservación de la probabilidad), en la ecuación (3) la expresión

$$V_B = -\frac{1}{2m} \frac{\nabla^2 A}{A} \quad (5)$$

es el denominado potencial de Bohm [18, 7]. A las ecuaciones (3) y (4) con la definición (5) se les conoce en la literatura como el enfoque unidimensional de Madelung-Bohm.

### 3. Enfoque del operador para la solución de la ecuación de continuidad

La ecuación de continuidad (4) se puede reescribir como una ecuación similar a la de Schrödinger

$$\frac{\partial A}{\partial t} = -\frac{1}{2m} \left( 2 \frac{\partial S}{\partial x} \frac{\partial A}{\partial x} + \frac{\partial^2 S}{\partial x^2} A \right), \quad (6)$$

usando el operador de cantidad de movimiento  $\hat{p} = -i \frac{\partial}{\partial x}$ , la ecuación (6) se puede escribir de la forma,

$$\begin{aligned} \frac{\partial A}{\partial t} &= -\frac{1}{2m} \left( 2 \frac{\partial S}{\partial x} \frac{\partial}{\partial x} + \frac{\partial^2 S}{\partial x^2} \right) A, \\ \frac{\partial A}{\partial t} &= -\frac{1}{2m} \left( 2i \frac{\partial S}{\partial x} \hat{p} + \frac{\partial^2 S}{\partial x^2} \right) A. \end{aligned} \quad (7)$$

Escogiendo la fase de la función de onda de la forma:

$$S(x, t) = Q(x) \frac{d\nu(t)}{dt} + \mu(t), \quad (8)$$

$$\frac{\partial S(x, t)}{\partial x} = \frac{dQ(x)}{dx} \frac{d\nu(t)}{dt}, \quad (9)$$

reescribiendo el termino  $2 \frac{\partial S}{\partial x} \hat{p}$  que aparece en la ecuación (7) se tiene

$$2 \frac{\partial S}{\partial x} \hat{p} = \frac{d\nu(t)}{dt} \left( \frac{dQ(x)}{dx} \hat{p} + \frac{dQ(x)}{dx} \hat{p} \right), \quad (10)$$

usando la propiedad del conmutador  $[f(x), \hat{p}] = i f'(x)$ , es posible escribir la ecuación (7) de la forma

$$\frac{\partial A}{\partial t} = -\frac{i}{2m} \frac{d\nu(t)}{dt} \left( \frac{dQ}{dx} \hat{p} + \hat{p} \frac{dQ}{dx} \right) A, \quad (11)$$

La ecuación (11) tiene como solución

$$A(x, t) = \exp \left\{ -\frac{i}{2m} \int \frac{d\nu(t)}{dt} dt \left( \frac{dQ}{dx} \hat{p} + \hat{p} \frac{dQ}{dx} \right) \right\} A_0(x), \quad (12)$$

donde  $A_0(x) = A_0(x, t = 0)$ , esta condición inicial es arbitraria (cuadráticamente integrable), es la función de posición. Tomando la función  $Q(x) = x^2/2$  y  $m = 1$ , la solución (12) toma la forma [14].

$$A(x, t) = \exp \left[ -i \frac{\nu(t)}{2} (x\hat{p} + \hat{p}x) \right] A_0(x). \quad (13)$$

En la anterior ecuación, el operador  $\exp \left[ -i \frac{\nu(t)}{2} (x\hat{p} + \hat{p}x) \right]$  es denominado el operador de compresión [19, 20]. Ahora escogiendo como condición inicial  $A_0 = \pi^{-1/4} \exp(-x^2/2)$ ,

$$A(x, t) = \frac{1}{\pi^{-1/4}} \exp \left[ -\frac{x^2}{2} e^{2\nu(t)} - \frac{\nu(t)}{2} \right], \quad (14)$$

El potencial de Bohm definido en la ecuación (5) toma la forma

$$V_B(x, t) = -\frac{x^2}{2} \exp[-4\nu(t)] + \frac{1}{2} \exp[-2\nu(t)] \quad (15)$$

Ahora tomando  $\frac{d\nu(t)}{dt} = -\frac{e^{-2\nu(t)}}{2}$ , se obtiene de la ecuación (3)

$$V + \frac{x^2}{2} \left( \frac{\partial^2 \nu}{\partial t^2} + \left( \frac{\partial \nu}{\partial t} \right)^2 - e^{-4\nu} \right) = 0; \quad (16)$$

realizando el cambio de variable  $\rho = e^\nu$ ;  $\frac{\partial \nu}{\partial t} = -\frac{1}{2\rho^2}$ ;  $\frac{\partial \nu}{\partial t} = \frac{1}{\rho} \frac{\partial \rho}{\partial t}$  y  $\frac{\partial^2 \nu}{\partial t^2} = \frac{1}{2} (\rho \frac{\partial^2 \rho}{\partial t^2} - (\frac{\partial \rho}{\partial t})^2)$ , se llega a:

$$V_B + \frac{x^2}{2\rho} \left( \frac{\partial^2 \rho}{\partial t^2} - \frac{1}{\rho^3} \right) = 0. \quad (17)$$

Si  $\rho$  obedece a la ecuación Ermakov

$$\frac{\partial^2 \rho}{\partial t^2} + \Omega^2(t) \rho = \frac{1}{\rho^3}, \quad (18)$$

$\Omega(t)$  representa la frecuencia dependiente del tiempo, y finalmente el potencial para el oscilador armónico dependiente del tiempo toma la forma

$$V_B(x, t) = \frac{\Omega^2(t)}{2} x^2, \quad (19)$$

la función de onda para el potencial encontrado en la ecuación (19) y las condiciones definidas a partir de las ecuaciones (2), (14) y (17) se obtiene

$$\begin{aligned} \psi(x, t) &= \frac{1}{\pi^{1/4}} \exp \left\{ -\frac{x^2}{2} e^{-2\nu(t)} - \frac{\nu(t)}{2} \right. \\ &\quad \left. + i \left[ \frac{x^2}{2} \frac{\partial \nu(t)}{\partial t} + \mu(t) \right] \right\}. \end{aligned} \quad (20)$$

#### 4. Solución a la ecuación de Ermakov

Si en la ecuación (18),  $\omega(t)$  es una solución de la ecuación homogénea asociada; es decir,

$$\frac{\partial^2 \omega}{\partial t^2} + \Omega^2(t)\omega = 0, \quad (21)$$

considerando los cambios de variable

$$\rho = z \omega(t), \quad (22)$$

$$\xi = \int \frac{1}{\omega^2(t)} dt, \quad (23)$$

se tiene:

$$\frac{d\rho}{dt} = \frac{dz}{dt} \omega + z \frac{d\omega}{dt} \quad (24)$$

de donde

$$\frac{d^2 \rho}{dt^2} = \omega \frac{d^2 z}{dt^2} + z \frac{d\omega}{dt} \frac{dz}{dt} + z \frac{d^2 \omega}{dt^2} \quad (25)$$

como

$$\frac{dz}{dt} = \frac{dz}{d\xi} \frac{d\xi}{dt}, \quad (26)$$

usando el teorema fundamental del cálculo en la ecuación (23)

$$\frac{d\xi}{dt} = \frac{1}{\omega^2} \quad (27)$$

por lo tanto

$$\frac{dz}{dt} = \frac{1}{\omega^2} \frac{d\xi}{dt}, \quad (28)$$

al derivar (28) con respecto a  $t$ , se tiene:

$$\frac{d^2 z}{dt^2} = -\frac{2}{\omega^3} \frac{d\omega}{dt} \frac{dz}{d\xi} + \frac{1}{\omega^4} \frac{d^2 z}{d\xi^2}, \quad (29)$$

sustituyendo (28) y (29) en la ecuación (25)

$$\frac{d^2 \rho}{dt^2} = -\frac{2}{\omega^2} \frac{d\omega}{dt} \frac{dz}{d\xi} + \frac{1}{\omega^3} \frac{d^2 z}{d\xi^2} + \frac{2}{\omega^2} \frac{dz}{d\xi} \frac{d\omega}{dt} + z \frac{d^2 \omega}{dt^2}, \quad (30)$$

es decir,

$$\frac{d^2 \rho}{dt^2} = \frac{1}{\omega^3} \frac{d^2 z}{d\xi^2} + z \frac{d^2 \omega}{dt^2}, \quad (31)$$

despejando  $z$  de la ecuación (22), y reemplazando este valor en la ecuación (31) se obtiene,

$$\frac{d^2 \rho}{dt^2} = \frac{1}{\omega^3} \frac{d^2 z}{d\xi^2} + \frac{\rho}{\omega} \frac{d^2 \omega}{dt^2}, \quad (32)$$

al sustituir la ecuación (32) en (18)

$$\frac{1}{\rho^3} = \frac{1}{\omega^3} \frac{d^2 z}{d\xi^2} + \left( \frac{\rho}{\omega} \frac{d^2 \omega}{dt^2} + \Omega^2(t)\rho \right), \quad (33)$$

en la ecuación (33) la expresión entre paréntesis, se anula debido a la ecuación (21), y usando (22), la ecuación (33) toma la forma,

$$\frac{d^2 z}{d\xi^2} = \frac{1}{z^3}. \quad (34)$$

Con el fin de resolver la ecuación (34) utilizamos la sustitución

$$\omega = \frac{dz}{d\xi} \quad (35)$$

con lo cual

$$\frac{d^2 z}{d\xi^2} = \frac{d}{d\xi} \left( \frac{dz}{d\xi} \right) = \frac{d\omega}{dz} \frac{dz}{d\xi} = \omega \frac{d\omega}{dz} \quad (36)$$

de esta manera la ecuación (34) se transforma en la ecuación

$$\omega \frac{d\omega}{dz} = \frac{1}{z^3}, \quad (37)$$

(24) separando las variables, integrando y considerando la relación dada en (35), se obtiene

$$z = (C_1 + (\xi + C_2)^2); \quad C_1 \neq 0, \quad (38)$$

(25) finalmente teniendo en cuenta (22)

$$\rho(t) = \omega(t) \left[ C_1 + \left( \int \frac{dt}{\omega^2(t)} + C_2 \right)^2 \right]^{1/2} \quad (39)$$

luego (39) es la solución general de la ecuación de Ermakov dada en (18)

#### 5. Ejemplo 1

Considerando en la ecuación (18) la función  $\Omega = \lambda$ , como un caso particular en el que la función no depende del tiempo. Considerando la ecuación homogénea asociada a (18) se tiene;

$$\frac{\partial^2 \rho}{\partial t^2} + \lambda^2 \rho = 0, \quad (40)$$

donde  $\omega(t) = \cos(\lambda t)$ ; la cual es una solución particular; de acuerdo a (39) la solución de la ecuación no homogénea queda

$$\rho(t) = \cos(\lambda t) \left[ C_1 + \left( \frac{\tan(\lambda t)}{\lambda} + C_2 \right)^2 \right]^{1/2}, \quad (41)$$

tomando (sin perder generalidad)  $C_2 = 0$ ;  $C_1 = 1$  se tiene

$$\rho(t) = \left( \cos^2(\lambda t) + \frac{\sin^2(\lambda t)}{\lambda^2} \right)^{1/2}, \quad (42)$$

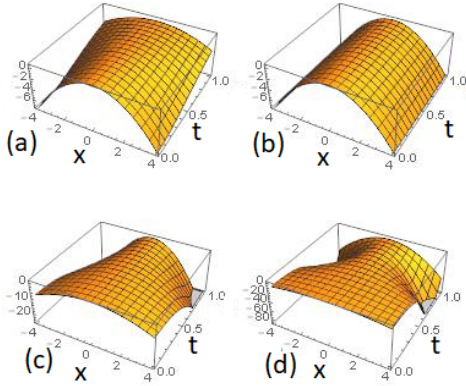
lo que permite encontrar la función  $\nu(t)$  de la forma

$$\nu(t) = \ln \left( \cos^2(\lambda t) + \frac{\sin^2(\lambda t)}{\lambda^2} \right)^{1/2}, \quad (43)$$

al sustituir en la ecuación (15) se encuentra el potencial de Bohm dado por

$$V_B(x, t) = -\frac{x^2}{2} \left( \cos^2(\lambda t) + \frac{\sin^2(\lambda t)}{\lambda^2} \right)^{-2} + \frac{1}{2} \left( \cos^2(\lambda t) + \frac{\sin^2(\lambda t)}{\lambda^2} \right)^{-1} \quad (44)$$

Para analizar el comportamiento de este potencial en la Figura 1 se observa el cambio del potencial  $V_B$  en función de la posición  $x$  y el tiempo  $t$ , para obtener esta figura se tomo  $\lambda = 1$ ,



**Figura 1:** Potencial de Bohm ecuación (44) tomando los valores de  $\lambda$ . (a) 0,5; (b) 1; (c) 1,5; (d) 2.

### 6. Ejemplo 2

Considerando una frecuencia dependiente del tiempo de la forma

$$\Omega(t) = \frac{1}{a + bt} \tag{45}$$

Dependiendo del valor que asume  $b$ , consideramos las siguientes situaciones

#### 6.1 Caso $0 < b < 2$

Teniendo en cuenta que no es sencillo encontrar para este caso una solución particular de la ecuación homogénea asociada a la ecuación de Ermakov, que nos permita aplicar la formula (39), asumimos una solución de (18) de la forma  $\rho(t) = A(a + bt)^\alpha$ , donde  $A$  y  $\alpha$  son constantes a determinar, con  $A \neq 0$ .

$$\rho'(t) = Aab(a + bt)^{\alpha-1}; \rho''(t) = Aab^2(\alpha - 1)(a + bt)^{\alpha-2}$$

sustituyendo en la ecuación (18)

$$[A\alpha(\alpha - 1)b^2 + A](a + bt)^{\alpha-2} = (a + bt)^{-3\alpha}A^{-3}$$

luego  $\alpha = 1/2$ ;  $A = (1 - b^2/4)^{-1/4}$ . La ecuación (13) tomando el valor de  $\rho(0) = 1$ , da como resultado  $A = \sqrt{1 - b^2/4}$  llegando a la función

$$\nu(t) = -\frac{1}{4} \ln \left( 1 - \frac{b^2}{4} \right) + \frac{1}{2} \ln \left[ \left( 1 - \frac{b^2}{4} \right)^{1/2} + bt \right]. \tag{46}$$

lo que corresponde a un potencial de Bohm dado por:

$$V_B(x, t) = -\frac{1 - b^2/4}{2(a + bt)^2} x^2 + \frac{\sqrt{1 - b^2/4}}{2(a + bt)}, \tag{47}$$

este potencial está bien definido, sin singularidades. El potencial de Bohm exhibe el mismo comportamiento cualitativo para todos los valores del parámetro  $b$  en el intervalo  $(0; 2)$ .

Si siguiendo la idea del caso anterior, se busca una solución  $\omega(t)$  de la ecuación homogénea

$$\frac{d^2\rho}{dt^2} + \frac{1}{(a + bt)^2}\rho = 0$$

de la forma  $\omega(t) = (a + bt)^\alpha$ , obteniendo

$$\alpha = \frac{b \pm \sqrt{b^2 - 4}}{2b} \tag{48}$$

#### 6.2 Caso $b = 2$

De la expresión (48), si  $b = 2$ , se obtiene  $\alpha = 1/2$ , luego  $\omega(t) = (a + bt)^{1/2}$ .

Así la solución de la ecuación de Ermakov, para la frecuencia  $\Omega(t) = 1/(a + 2t)$ , se encuentra utilizando la ecuación (39).

$$\rho(t) = \sqrt{a + 2t} \left[ C_1 + \left( \frac{1}{2} \ln(a + 2t) + C_2 \right)^2 \right]^{1/2},$$

tomando  $C_2 = 0$ ,  $C_1 = 1$

$$\rho(t) = \sqrt{a + 2t} \left[ 1 + \frac{1}{4} \ln^2(a + 2t) \right], \tag{49}$$

La solución de la ecuación de Ermakov para la frecuencia elegida anteriormente da la función auxiliar

$$\rho(t) = C\sqrt{a + bt}, \tag{50}$$

donde  $C = (1 - b^2/4)^{-1/4}$ .

#### 6.3 Caso $b > 2$

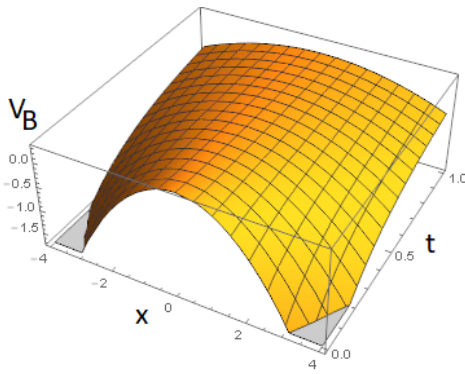
En este caso, una solución particular de la ecuación homogénea,  $\omega(t) = (a + bt)^\alpha$  con  $\alpha$  dada en (48), con aplicación de la relación dada en (39), la solución de (18) en este caso es

$$\rho(t) = (a + bt)^\alpha \left[ C_1 + \left( \frac{(a + bt)^{1-2\alpha}}{(1 - 2\alpha)b} + C_2 \right)^2 \right]^{1/2} \tag{51}$$

tomando en la ecuación (51)  $C_1 = 1$ ;  $C_2 = 0$  se obtiene de la ecuación  $\rho = e^\nu$

$$\nu(t) = \alpha \ln(a + bt) + \frac{1}{2} \ln \left[ 1 + \left( \frac{(a + bt)^{1-2\alpha}}{(1 - 2\alpha)b} \right)^2 \right] \tag{52}$$

sustituyendo (52) en la ecuación (15) se obtiene el potencial de Bohm (donde se han tomado los valores de  $a = 1$ ,  $b = 3$  y  $\alpha = 0,1275$ ) que se presenta en la Figura 2.



**Figura 2:** Potencial de Bohm ( $V_B$ ) para el caso  $b > 2$ , se han tomado los valores de  $\alpha = 0,1275$ ;  $b = 3$ ;  $a = 1$

## 7. Conclusiones

Consideramos que uno de los principales aportes del presente trabajo es mostrar explícitamente en la sección 4. un desarrollo matemático para encontrar la solución a la ecuación de Ermakov, la ecuación (39) es una solución general de la ecuación (18), lo que permite calcular mediante la ecuación  $\nu(t)$ , al sustituir en la ecuación (14) y mediante (5) es posible encontrar el potencial de Bohm.

El presente artículo se ha desarrollado siguiendo la línea de trabajo de [14] en donde se hace el análisis para los casos  $0 < b < 2$  y  $b = 2$ , aquí ampliamos al caso  $b > 2$ , donde se halla la expresión explícita para la función  $\rho(t)$  que permite usando la ecuación (15) hallar el potencial de Bohm que es nuestro objetivo, como se muestra en la sección 6.3. Se observa en la Figura 2 que el comportamiento sigue el mismo patrón dado en los casos anteriores (Figura 1), la función cuadrática predomina para valores pequeños de  $t$  y se suaviza a medida que evoluciona  $t$ .

En el artículo [21] los autores desarrollan una aproximación de Bohm al cambio de fase de Gouy, esto dentro del formalismo de Madelung-Bohm llegan a la ecuación de Ermakov, trabajan la función  $\Omega(t) = 0$ , en nuestro caso ampliamos esta consideración como se muestra en la sección 5., donde asumimos  $\Omega(t) = \lambda$ , donde  $\lambda$  puede tomar cualquier valor numérico, esto generaliza el desarrollo de [21] permitiendo plantear aplicaciones no solo para encontrar el cambio de fase de Gouy de una forma natural.

## Reconocimientos

Los autores manifiestan su agradecimiento a la Vicerrectoría de investigaciones de la Universidad de Pamplona, por su apoyo; a los grupos de investigación Integrar y Grupo de Investigación en Matemáticas Universidad de Pamplona por los aportes al presente trabajo.

## Referencias

- [1] Madelung, E. "Eine anschauliche Deutung der Gleichung von Schrödinger". *Naturwissenschaften*. 14 (45): 1004–1004. Bibcode : 1926NW 14.1004M (1926). doi: 10.1007 / BF01504657.
- [2] Achenson, D. J., *Elementary Fluid Dynamics*, Oxford Applied Mathematics and Computing Science Series, Oxford University Press,(1990), ISBN 0-19-859679-0.
- [3] Batchelor, G. K., *An Introduction to Fluid Dynamics*, Cambridge University Press, (1967), ISBN 0-521-66396-2.
- [4] Landau, L. D.; Lifshitz, E. M. , *Fluid mechanics*, Course of Theoretical Physics 6 (2nd revised edición), Pergamon Press, (1987), ISBN 0-08-033932-8, OCLC 15017127.
- [5] Albert, David Z. . "Bohm's Alternative to Quantum Mechanics". *Scientific American*. 270 (5): 58–67. Bibcode:1994SciAm.270e..58A.(May 1994), doi:10.1038/scientificamerican0594-58.
- [6] Barbosa, G. D.; N. Pinto-Neto . "A Bohmian Interpretation for Noncommutative Scalar Field Theory and Quantum Mechanics". *Physical Review D*. 69 (6): 065014.(2004) arXiv:hep-th/0304105. Bibcode:2004PhRvD..69f5014B. doi:10.1103/PhysRevD.69.065014. S2CID 119525006.
- [7] Bohm, David . "A Suggested Interpretation of the Quantum Theory in Terms of "Hidden VariablesI". (1952), *Physical Review*. 85 (2): 166–179. Bibcode:1952PhRv..85..166B. doi:10.1103/PhysRev.85.166.
- [8] Bohm, David . "A Suggested Interpretation of the Quantum Theory in Terms of "Hidden Variables", II". *Physical Review*. 85 (2): 180–193. (1952), Bibcode:1952PhRv..85..180B. doi:10.1103/PhysRev.85.180.
- [9] Bohm, David . "A new theory of the relationship of mind and matter"(PDF). *Philosophical Psychology*. 3 (2): 271–286. (1990), doi:10.1080/09515089008573004.
- [10] Bohm, David; B.J. Hiley . *The Undivided Universe: An ontological interpretation of quantum theory*. London: Routledge. (1993) ISBN 978-0-415-12185-9.
- [11] Hirota Kanasugi, Hidehiko Okada, *Systematic Treatment of General Time-Dependent Harmonic Oscillator in Classical and Quantum Mechanics*, *Progress of Theoretical Physics*, Vol. 93, No.5, May 1995.
- [12] Landovitz, L. F. and Levine, A. M. and Schreiber, W. M., Time-dependent harmonic oscillators, *Phys. Rev. A*, 20,3, 1162–1168, (1979), American Physical Society, doi = 10.1103/PhysRevA.20.1162, <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevA.20.1162>
- [13] C. M. Cheng and P. C. W. Fung, The evolution operator technique in solving the Schrodinger equation, and its application to disentangling exponential operators and solving the problem of a mass-varying harmonic oscillator. *J. Phys. A: Math. Gen.* 21 (1988) 4115-4131.
- [14] Francisco Soto-Eguibar, Felipe A. Asenjo, Sergio A. Hojman, and Héctor M. Moya-Cessa , "Bohm potential for the time dependent harmonic oscillator", *J. Math. Phys.* 62, 122103 (2021) <https://doi.org/10.1063/5.0044144>
- [15] S.A. Hojman and F.A. Asenjo, *Phys. Lett. A* 384 (2020) 126913.
- [16] R.E. Wyatt, *Quantum Dynamics with Trajectories: Introduction to Quantum Hydrodynamics*, Springer, 2005.
- [17] P.R. Holland. *The Quantum Theory of Motion: An Account of the de Broglie-Bohm Causal Interpretation of Quantum Mechanics*, Cambridge University Press, 1993.
- [18] E. Madelung, *Z. Phys.* 40 (1927) 322.
- [19] Yuen H.P. *Phys. Rev. A* 13 , 2226-2243 (1976).
- [20] Caves C.M. *Phys. Rev. D* 23, 1693-1708 (1981).
- [21] Héctor M. Moya-Cessa, Sergio A. Hojman, Felipe A. Asenjo, Francisco Soto-Eguibar, Bohm approach to the Gouy phase shift, *Optik*, Volume 252, 2022, 168468, ISSN 0030-4026, <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2021.168468>.





# Foconductividad persistente en fibras de titanato de estroncio, estimación de trampas superficiales y profundas

*Persistent photoconductivity in strontium titanate fibers, estimation of surface and deep traps*

Diego A. Landínez<sup>a</sup>; Jorge-Enrique Rueda-P<sup>b</sup>; Antonio Carlos Hernández<sup>c</sup>

<sup>a</sup> Universidad del Valle, Colombia

<sup>b</sup> Departamento de Física, Universidad de Pamplona, CP 543050, Pamplona, Colombia

<sup>c</sup> Instituto de Física de São Carlos, Universidade de São Paulo, CP 369, CEP 13566-970, SP, Brazil

Correspondencia: landinex@gmail.com; jruedap2003@unipamplona.edu.co

Recibido: Abril 01, 2023. Aceptado: Mayo 13, 2023. Publicado: Junio 10, 2023

## Resumen

Se reporta el crecimiento de fibras monocristalinas de SrTiO<sub>3</sub> utilizando la técnica LHPG, en las cuales se observó fotoconductividad persistente (PPC). El estudio se realizó en tres casos de inducción de fotoconductividad persistente. Se determinó el tiempo medio de la PPC en cada caso, a partir de la estimación de los tiempos de vida de los portadores de carga en los estados de recombinación y de trampas. También se estimó la presencia de trampas superficiales y profundas, junto con sus respectivas energías de activación.

**Palabras clave:** Fotoconductividad persistente; Técnica LHPG, Titanato de estroncio; Crecimiento de fibras monocristalinas.

## Abstract

The growth of single-crystalline fibers of SrTiO<sub>3</sub> using the LHPG technique is reported, in which persistent photoconductivity (PPC) was observed. The study was conducted for three cases of PPC induction. The average PPC time was determined for each case by estimating the carrier lifetimes in the recombination and trap states. The presence of surface and deep traps, along with their respective activation energies, was also estimated.

**Keywords:** Persistent photoconductivity; LHPG technique, Strontium titanate; Growth of single crystal fibers.

## 1. Introducción

La fotoconductividad persistente (persistent photoconductivity: PPC) es un fenómeno que ha despertado gran interés en la comunidad científica, especialmente en áreas como la ciencia de materiales y la optoelectrónica. Se trata del comportamiento fotoconductor que se manifiesta en ciertos materiales y heteroestructuras, donde la conductividad eléctrica puede aumentar significativamente después de haber sido expuestas a la luz, y que persiste durante un período de tiempo después de que se interrumpe la luz; efecto que puede durar desde segundos hasta días, dependiendo del material y de las condiciones del entorno. En otras palabras, la PPC es el aumento metaestable de la conductividad en la oscuridad causada posterior a una corta iluminación del material. Este fenómeno puede ser utilizado en diversas aplicaciones, p.e., en la fabricación de dispositivos optoelectrónicos de alta sensibilidad y memorias ópticas, entre otras. A pesar de los avances en la comprensión de este fenómeno, todavía existen muchos desafíos por resolver en cuanto a la

mejora de su eficiencia y estabilidad en diferentes materiales. Por lo tanto, la investigación continua en este campo es fundamental para abrir todo el potencial de la fotoconductividad persistente en la industria y en la investigación científica.

El titanato de estroncio (STO) es un óxido transparente con estructura cristalina perovskita. A temperatura ambiente, tiene un ancho de banda indirecto de 3.2-3.27 eV y uno directo de 3.7 eV. A temperaturas inferiores a 105 K, sufre una transición estructural tetragonal. El STO suele ser de tipo n, pero su conductividad depende de la concentración de defectos por vacancias de oxígeno [3].

El interés por estudiar las propiedades del STO se ha incrementado por el descubrimiento de un gas de electrones de alta movilidad en la interfaz formada entre *LaAlO<sub>3</sub>* y *SrTiO<sub>3</sub>*. Los monocristales de STO son materiales incoloros y transparentes en la región visible [17]-[19]. La aparición de colores (termocromismo) en las fibras cristalinas de STO,

colores que van desde el amarillo al marrón, violeta o negro, consecuencia de vacantes de oxígeno generadas en el material por la alta tasa de gradiente térmico durante el crecimiento de la fibra. Sin embargo, es posible revertir este efecto mediante el recocido en una atmósfera rica en oxígeno o enfriando lentamente a temperatura ambiente desde cualquier temperatura superior a  $850^{\circ}\text{C}$ . Además, es conocido que las vacantes de oxígeno también pueden modificar las propiedades de transporte y absorción óptica de los cristales de STO. [6] .

La PPC fue observada en monocristales de titanato de estroncio  $\text{SrTiO}_3$ , crecidos mediante la técnica de Verneuil.[5], [7] Durante el experimento, las muestras de los cristales fueron expuestas a luz con una energía de 2.9 eV a temperatura ambiente, lo que resultó en un aumento en la concentración de electrones libres en dos órdenes de magnitud. Interrumpida la luz, la conductividad persistió durante varios días con un decaimiento despreciable. En ese trabajo se concluyó que el efecto se debía a la excitación de un electrón de una vacante de titanio dentro de la banda de conducción, con una tasa de recaptura muy baja.[7]

De la revisión referencial se encontró que la PPC se ha observado principalmente en semiconductores de los grupos III-V o II-V y en semiconductores orgánicos cristalinos. A temperatura ambiente, la PPC se ha encontrado en semiconductores como GaN y GaInNAs, entre otros materiales, como se indicó antes, en el  $\text{SrTiO}_3$  en estado cristalino y en estructuras de  $\text{SrTiO}_3/\text{LaAlO}_3$  también se ha encontrado fotoconductividad persistente a temperatura ambiente, donde el aumento de la conductividad es de aproximadamente 5 órdenes de magnitud.

También se ha demostrado que la fotoconductividad persistente en cristales semiconductores II-IV puede ser atenuada por radiación infrarroja. Este hallazgo respalda la teoría de que la fotoconductividad persistente es causada por fluctuaciones en el potencial aleatorio local. Esta información ha dado pie para desarrollar detectores infrarrojos más eficientes y precisos. Estos avances podrían tener aplicaciones en la detección de luz y la fabricación de dispositivos electrónicos de alta sensibilidad. [1].

En películas altamente porosas de ZnO, preparadas por deposición electroquímica, se ha encontrado que son altamente sensibles a ciertas moléculas, lo que las hace una alternativa interesante para la construcción de sensores de gas o bio-sensores. Se observó que los largos periodos de fotoconductividad en estas películas siguen una ley exponencial si la iluminación se cambia rápidamente en una atmósfera seca. Este hallazgo puede tener implicaciones importantes en el diseño de sensores más precisos y eficientes, con aplicaciones en la detección de gases y sustancias biológicas.[2].

En el trabajo de la Ref.[3] proponen que la fotoconductividad persistente podría utilizarse en nuevos dispositivos de almacenamiento, siempre que se mantuviera la temperatura

a 108 K. Para probar esta teoría, realizaron mediciones de resistencia entre dos puntos de monocristales de titanato de estroncio a temperatura ambiente. Utilizando un láser, como lápiz óptico, escribieron un camino de baja resistencia entre dos contactos, lo que podría tener aplicaciones en la industria de la foto-litografía.

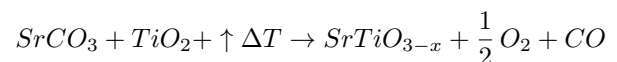
En las investigaciones sobre los mecanismos detrás del fenómeno de la fotoconductividad persistente, se ha descubierto que las moléculas de oxígeno pueden inducir defectos en la banda prohibida de semiconductores orgánicos, actuando como trampas para los electrones foto-generados. Estas trampas causan procesos de relajación lentos después de la iluminación, lo que resulta en la fotoconductividad persistente. Este hallazgo puede llevar a nuevas aplicaciones en la creación de sensores de oxígeno utilizando la fotoconductividad persistente.[4]

En el presente trabajo, se crecieron fibras monocristalinas de  $\text{SrTiO}_3$  mediante la técnica LHPG (Laser Heated Pedestal Growth) [9]-[20]; se caracterizaron eléctricamente y se encontró en ellas PPC a temperatura ambiente. Los resultados obtenidos demuestran la importancia de producir defectos por vacantes en las fibras, esto como mecanismo de inducir PPC a temperatura ambiente. A partir de los tiempos de relajación se estimó la existencia de trampas profundas y superficiales en tres tipos de muestras, así también se estimó la densidad de estados en la banda de conducción.

## 2. Método y Materiales

### 2.1 Técnica LHPG

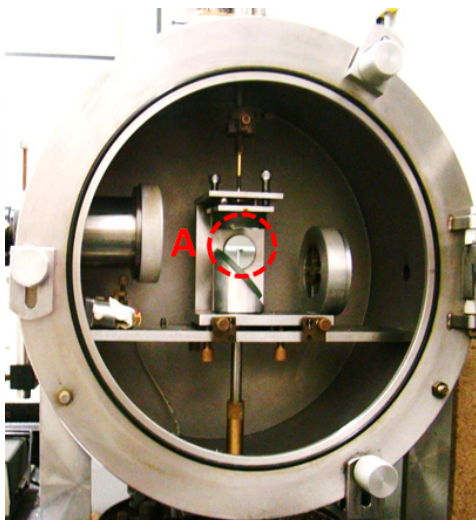
La Fig.1 presenta dos imágenes del reactor LHPG, utilizado en el crecimiento de las fibras monocristalinas de STO, obtenidas para el propósito de estudiar su respuesta PPC. La imagen de la Fig.1 (b) es la zona donde suceden los procesos de fundido, nucleación y crecimiento de la fibra; en esta zona tiene lugar la reacción química entre los precursores, y donde se produce  $\text{SrTiO}_3$  en estado líquido:



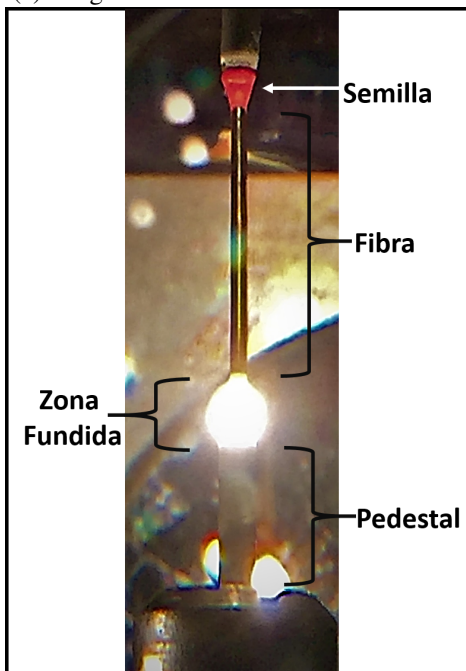
El sistema LHPG utilizado tiene un láser de  $\text{CO}_2$  (potencia 100 W /marca 125-Evolution) como fuente de calor, operando en la longitud de onda de 10.6  $\mu\text{m}$ . El proceso de producción de la fibra requiere construir pedestales (nutrientes); en este trabajo se utilizó la técnica de estado sólido y extrusión en frío para construir pedestales de 40 mm de longitud y de 1.8 mm de diámetro. Los pedestales son la mezcla de los precursores  $\text{SrCO}_3 + \text{TiO}_2 + \text{Alcohol polivinílico (PVA)}$ ; los precursores  $\text{SrCO}_3$  y  $\text{TiO}_2$  en polvo son marca Vetec, con pureza 99,8 %; como semilla se utilizó pedestal de STO de 10 mm de longitud. El crecimiento de la fibra inicia con la inserción de la semilla en la zona fundida para producir el efecto de nucleación semilla-zona fundida; luego, a una velocidad constante, adecuada para el diámetro de fibra requerido, se desplaza de manera controlada la semilla en sentido



vertical, desde la fase líquida hacia la zona de enfriamiento de la fibra, a temperatura ambiente. La cristalización se produce en el contacto de la interfaz sólida-líquida, en la medida que la semilla y nutriente se desplazan en la misma dirección vertical. En este reactor LHPG, se crecieron fibras monocristalinas de  $\text{SrTiO}_3$ , de aprox. 650  $\mu\text{m}$  de diámetro y 20 mm de longitud (ver en la Fig.2 imágenes de cuatro fibras de STO crecidas en el reactor LHPG); se crecieron a lo largo del eje c-cristalográfico.



(a) Imagen de la cámara del reactor LHPG

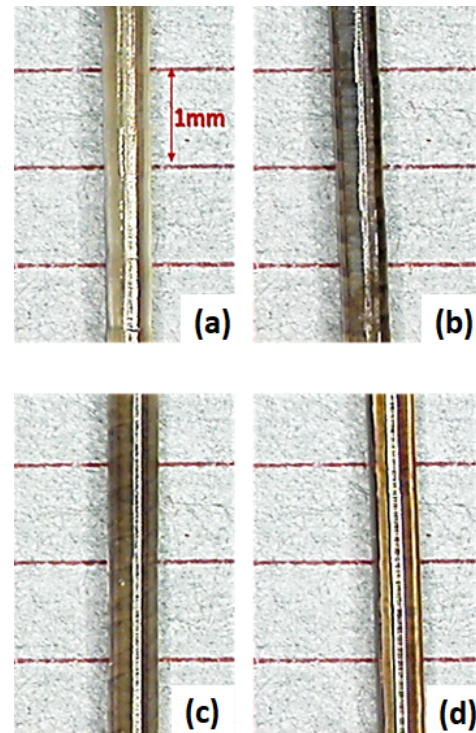


(b) Imagen de la zona A del LHPG, tomada en situación de suspensión del sistema durante el crecimiento de una fibra de STO.

**Figura 1:** Imagen del reactor LHPG.  
Fuente: Autores.

## 2..2 Generación de vacantes: métodos de recocido de la fibra en SrO

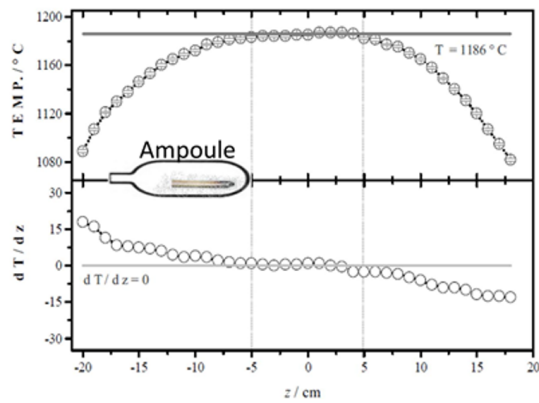
Es conocido que el recocido de cristales de STO en SrO, a altas temperaturas, puede producir defectos por vacantes, que podrían ser de  $\text{VSr}$ ,  $\text{VTi}$  o  $\text{VO}$ . En el trabajo de la Ref.[7] utilizaron el método de recocido, en polvo de SrO, a alta temperatura, de cristales de tamaño  $10 \times 10 \times 0.5$  mm, crecidos mediante la técnica de Verneuil.[5], [7]; proponen que este método probablemente llevó a la formación de vacantes  $\text{VTi-O}$  y también de vacantes de oxígeno aisladas ( $\text{VO}$ ). A partir de sus resultados, concluyeron que  $\text{VTi-O}$  es principalmente el defecto responsable de PPC a temperatura ambiente.



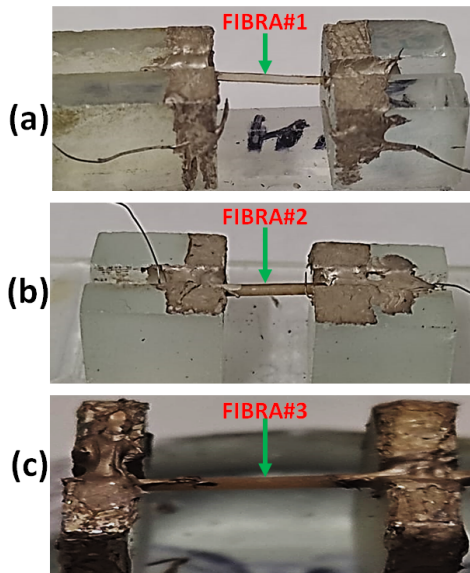
**Figura 2:** Fibras de STO crecidas en el LHPG. Se puede apreciar en las fibras (b),(c) y (d) coloración debida al efecto termocrómico.

Fuente: Autores.

En nuestro trabajo, el recocido se realizó en un horno tubular horizontal, y se utilizaron dos métodos de recocido de las muestras; Método 1: cubrir la fibra en el polvo de SrO en un portamuestras cerámico, e introducir en el horno para recocer a  $1160$   $^{\circ}\text{C}$  durante una hora, en atmósfera de aire, luego dejar en reposo hasta temperatura ambiente. Método 2: introducir la fibra y el polvo de SrO en una ampolla de cuarzo, hacer vacío de 50 mTorr, sellar la ampolla mediante soplete, e introducir en el horno para recocer a  $1160$   $^{\circ}\text{C}$  durante una hora. Finalizado el tiempo de recocido, en ambos casos, la muestra se dejó en reposo en el horno hasta alcanzar la temperatura ambiente, y sin presencia de iluminación externa sobre la muestra. La Fig.3 representa la temperatura y el gradiente térmico a lo largo del horno tubular, y la posición de la ampolla.



**Figura 3:** Curva de distribución de la temperatura del horno tubular horizontal; obsérvese la ubicación del porta muestras en el interior del horno.  
Fuente: Autores.



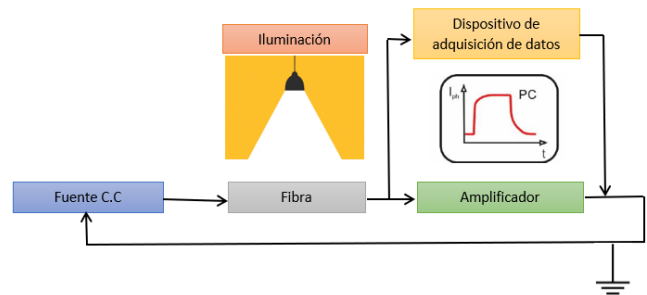
**Figura 4:** Imagen de las tres fibras de STO sometidas a medición de su respuesta PPC: (a) fibra sin recocido; (b) fibra con recocido en atmósfera de aire -Método 1-; (c) fibra con recocido en atmósfera de 50 mTorr -Método 2-.  
Fuente: Autores.

La Fig.4 presenta tres de las muestras sometidas a medición de su respuesta PPC; La Fig.5 es un esquema del arreglo utilizado en la medición de la fotoconductividad en las tres fibras de la Fig.4.

### 3. Resultados

Generalmente los cristales de titanato de estroncio son incoloros, sin embargo, las fibras crecidas en un reactor LHPG es usual que adopten un rango de colores desde amarillo a tonos marrones -efecto termocrómico-, el cual podría atenuarse o aumentar mediante tratamiento térmico de la fibra; este efecto se debe a vacantes de oxígeno, que se producen durante el crecimiento, debido a las altas tasas de enfriamiento (43 °C/min); ver efecto en las tres fibras Fig.2(b)-(d). De otra parte, mediante los

Métodos 1 y 2 de tratamiento térmico, se indujo la creación de defectos por vacantes, probablemente VTi-O.



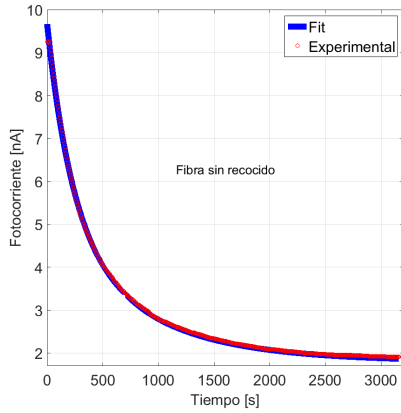
**Figura 5:** Esquema del arreglo utilizado para la medición de las respuesta PPC.  
Fuente: Autores.

#### 3.1 Medición de la fotocorriente

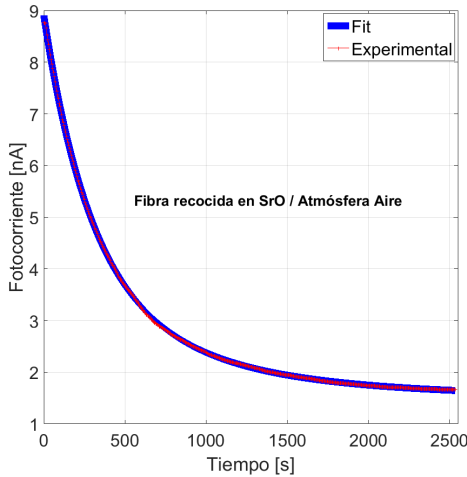
Las mediciones de la fotocorriente en las fibras se realizó utilizando un arreglo como el esquematizado en la Fig.5. El montaje experimental consta de una amplificador de corriente, una fuente de corriente, una lámpara de mercurio y un dispositivo de adquisición de la fotocorriente en función del tiempo. Debido al orden de magnitud de las fotocorrientes medidas, el sistema de medición fue provisto de un sistema de apantallamiento de la electrostática y del ruido electromagnético del laboratorio. La lámpara de mercurio utilizada para iluminar la fibra, emite en la banda espectral 300nm-400nm, banda en la que las fibras dieron respuesta fotoconductor. La fotogeneración se obtuvo mediante iluminación de la muestra durante 10 minutos y se suspendió luego la iluminación; Las Fig.6 a Fig.8 son la evolución característica de las respuestas de PPC observadas en cada una de las fibras de la Fig.4, una vez se suspendió la iluminación.

#### 3.2 Ajuste multi-exponencial del decaimiento de la fotocorriente.

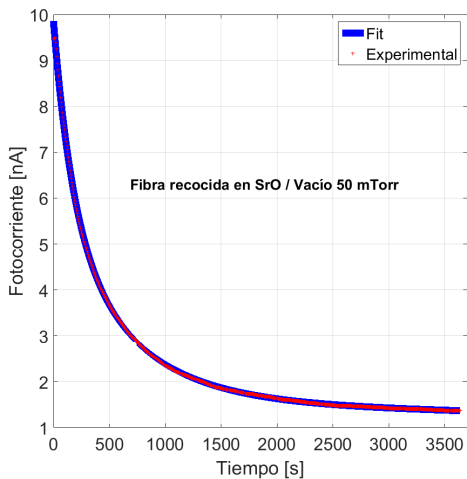
La cinética de los portadores de carga bajo condiciones de no equilibrio es un tema complejo. Esto se debe a que los procesos de recombinación pueden ser lineales, cuadráticos o una combinación de los dos. En el caso de la recombinación lineal, la solución del conjunto de ecuaciones diferenciales no lineales está determinada por la suma de varios términos exponenciales. Cuando se cumplen las condiciones de recombinación lineal, las curvas de excitación (Con-Iluminación) y relajación (Suspensión-Iluminación) de la fotocorriente, vienen expresadas por las Ecs.(1)-(2), respectivamente.



**Figura 6:** Comportamiento de la PPC en la fibra sin recocido, después de suspender la iluminación.  
Fuente: Autores.



**Figura 7:** Comportamiento de la PPC en la fibra recocida mediante el Método 1, después de suspender la iluminación.  
Fuente: Autores.



**Figura 8:** Comportamiento de la PPC en la fibra recocida mediante el Método 2, después de suspender la iluminación.  
Fuente: Autores.

$$I_{ph}(t) = \sum_{i=1}^m I_i(1 - e^{-t/\tau_i}) \quad \text{Con - Iluminación} \quad (1)$$

$$I_{ph}(t) = \sum_{i=1}^m I_i e^{-t/\tau_i} \quad \text{Suspensión - Iluminación}, \quad (2)$$

siendo  $I_{ph}$  la fotocorriente y  $\tau_i$  las constantes de tiempo de un proceso particular; donde  $m$  es el número de componentes que contribuyen a la fotocorriente, que generalmente son tres o cuatro.

El la Ref.[8] se propone un ajuste de la fotocorriente mediante tres términos exponenciales, uno relacionado con la fotocorriente debida a procesos de recombinación y los otros dos términos relacionados con la fotocorriente debida a trampas *superficiales* y *profundas*; un término exponencial para cada tipo de trampa. Bajo estas consideraciones, el decaimiento de la fotocorriente viene expresada por la Ec.( 3),

$$I_{ph}(t) = I_1 e^{-\frac{t}{\tau_1}} + I_2 e^{-\frac{t}{\tau_2}} + I_3 e^{-\frac{t-\tau_0}{\tau_3}}, \quad (3)$$

donde  $I_1$  es la fotocorriente debida a procesos de recombinación, y  $\tau_1$  la respectiva constante de tiempo de vida de los portadores antes de la recombinación.  $I_2$  es la fotocorriente debida a los procesos de recombinación en estados de trampas *superficiales*, y  $\tau_2$  las respectiva constante de tiempo de vida de portadores en una trampa *superficial*.  $I_3$  es la fotocorriente en estados de trampas *profundas*, y  $\tau_3$  es la constante de tiempo de vida de portadores de carga en una trampa *profunda*; el parámetro  $\tau_0$  representa un retardo en la activación de las trampas *profundas* con respecto a las *superficiales*.

La Ec.(3) se utilizó para determinar las constantes de tiempo de recombinación y de trampas, para cada uno de los resultados experimentales de PPC dados en las Fig.6 a Fig.8

### 3..2.1 Análisis de las constantes de tiempo

En las Fig.6 a Fig.8, los trazos de color azul son las curvas de ajuste utilizando la Ec.(3); de ellas se estimaron los parámetros presentados en las Tablas 1, 2 y 3; en los tres casos el intervalo de confianza es del 95 %.

De la Tabla 1 se evidencia que la PPC total medida en la fibra no recocida fue de 9.692 nA, siendo la mayor contribución a la PPC debida a  $I_1$  (48 % de la corriente total medida), mientras que la contribución debida a las corrientes  $I_2$  e  $I_3$  fue del 33 % y 19 %, respectivamente. Esto quiere decir que los procesos que tienen como mediador a los centros de recombinación, prevalecen sobre los procesos de recombinación en centros de trampas, sin embargo, los procesos de recombinación en trampas

superficiales son más frecuentes que en las trampas profundas.

De otra parte, los tiempos de vida de los portadores en los procesos de recombinación son los esperados, así,  $\tau_1$  es menor que  $\tau_2$  y que  $\tau_3$ . El valor de  $\tau_3$  es el tiempo de vida de los portadores en las trampas profundas, estas son responsables de la persistencia de la fotocorriente; las trampas profundas retardan los procesos de recombinación de portadores por horas e incluso por días, esta situación es la manifestación de la fotoconductividad persistente en la fibra. Entonces en la fibra no recocida, la estimación indica que la PPC puede perdurar un tiempo medio de 6.4 días.

<b>Intervalo de confianza: 95 %</b>		
$I_1$ (nA)	4.665	(4.312, 5.017)
$I_2$ (nA)	3.186	(2.992, 3.38)
$I_3$ (nA)	1.841	(1.647, 2.036)
$\tau_1$ (s)	227.9	(217.2, 238.7)
$\tau_2$ (s)	802.3	(679.4, 925.2)
$\tau_3$ (s)	552400	(-8.531e+06, 9.636e+06)

**Tabla 1:** Coeficientes de ajuste multi-exponencial de los datos experimentales de la Fig.6; caso fibra sin recocido.

En la tabla 2 se presentan los parámetros de ajuste de los datos experimentales de la Fig.7, que corresponden a la fibra sometida a recocido mediante el Método 1; en este caso, las contribuciones a la PPC vienen dadas por los siguientes porcentajes, la  $I_1$  contribuye con 55 %, la  $I_2$  con el 27 % y la  $I_3$  con 18 %. También en este caso, los procesos de recombinación suceden con mayor frecuencia, que portadores en las trampas superficiales y profundas; y ocurren con mayor frecuencia en la fibra recocida SrO mediante este Método 1, que en la fibra no recocida; sin embargo, el tiempo medio de generación de la PPC es 9 veces menor que el tiempo medio de generación de la PPC en la fibra no recocida.

<b>Intervalo de confianza: 95 %</b>		
$I_1$ (nA)	4.872	(4.252, 5.492)
$I_2$ (nA)	2.411	(2.038, 2.784)
$I_3$ (nA)	1.623	(1.353, 1.893)
$\tau_1$ (s)	279.6	(265.3, 293.9)
$\tau_2$ (s)	757.9	(544.6, 971.2)
$\tau_3$ (s)	60240	(-1.196e+05, 2.4e+05)

**Tabla 2:** Coeficientes de ajuste multi-exponencial de los datos experimentales de la Fig.7; caso fibra recocida mediante el Método 1.

La tabla 3 contiene los parámetros de ajuste de los datos experimentales de la Fig. 8, que corresponden a la fibra sometida a recocido mediante el Método 2. En este caso, las contribuciones a la fotocorriente son:  $I_1$  contribuye en un 41.41 %,  $I_2$  con un 42.46 % e  $I_3$  con 16.11 %. Estos valores indican que los procesos de recombinación y los que existen en las trampas superficiales están equilibrados. Se observa que los tiempos de vida de los

tres procesos de recombinación, en esta fibra, son menores que los obtenidos para las otras dos fibras; con respecto a la fibra sin recocido, el tiempo medio de generación de la PPC es 22 veces menor.

<b>Intervalo de confianza: 95 %</b>		
$I_1$ (nA)	4.081	(3.926, 4.235)
$I_2$ (nA)	4.184	(4.062, 4.306)
$I_3$ (nA)	1.588	(1.539, 1.637)
$\tau_1$ (s)	172.6	(167.4, 177.8)
$\tau_2$ (s)	624.8	(599.7, 649.9)
$\tau_3$ (s)	22340	(1.781e+04, 2.687e+04)

**Tabla 3:** Coeficientes de ajuste multi-exponencial de los datos experimentales de la Fig.8; caso fibra con recocido mediante el Método 2.

De los tres casos se puede establecer que los tiempos de vida en las trampas profundas  $\tau_3$  es significativamente mayor que en las superficiales, y que las tres fibras presentan PPC.

### 3.2.2 Estimación de la energía de activación de las trampas

La energía de activación de los estados de trampas son dos para cada tipo fibra estudiada, se estima que se generan dos regiones: la *región de atrapamiento I* para las trampas superficiales y la *región de atrapamiento II* para las trampas profundas. Las constantes de tiempo determinadas para cada tipo de trampa determinan los valores de las energías de activación mediante la siguiente expresión:

$$E_t = k_B T \ln(\nu\tau) \quad (4)$$

Donde  $E_t$  es la energía de activación de las trampas,  $k_B$  la constante de Boltzman en electrón-voltios,  $T$  la temperatura ambiente,  $\tau$  el tiempo de vida del portador en un estado de captura y  $\nu$  es conocida como la frecuencia de escape, para cristales de titanato de estroncio se propone el valor  $\nu = 5 \times 10^{12} \text{ s}^{-1}$ . [5]

La densidad de estados en la banda de conducción  $N_c$  para cada tipo de trampas viene dado por la expresión:

$$N_c = N_{cM} \exp\left(\frac{E_t}{kT}\right) \quad (5)$$

Estas ecuaciones Ec.(4) y Ec.(5) son válidas para la fotoconductividad extrínseca, caso estable, donde se considera que todos los estados de trampas están llenos y por lo tanto la concentración de electrones en las trampas es igual a la densidad de estados asociadas a las trampas. Para cristales perovskitas como lo es el STO, el valor  $N_{cM}$  es del orden de  $10^{11} \text{ cm}^{-3}$  [8]. A partir de las ecuaciones Ec.(4) y Ec.(5) y las constantes de tiempo (Tablas 1 a 3), se calcularon las energías de activación y las respectivas densidades de estados en la banda de conducción (ver Tablas 4 a 6).

Fibra SR	$E_t$ (eV)	$N_{cM}$ (cm <sup>-3</sup> )	$N_c$ (cm <sup>-3</sup> )
TS	0.907598	10 <sup>11</sup>	4.0115 × 10 <sup>26</sup>
TP	1.072671	10 <sup>11</sup>	2.762 × 10 <sup>29</sup>

**Tabla 4:** Estimación de la energía de activación de las trampas superficiales (TS) y de las trampas profundas (TP), caso fibra sin recocido (SR).

Fibra RM1	$E_t$ (eV)	$N_{cM}$ (cm <sup>-3</sup> )	$N_c$ (cm <sup>-3</sup> )
TS	0.90616	10 <sup>11</sup>	3.7895 × 10 <sup>26</sup>
TP	1.016693	10 <sup>11</sup>	3.012 × 10 <sup>28</sup>

**Tabla 5:** Estimación de la energía de activación de las TS y de las TP, caso fibra recocida mediante el Método 1 (RM1)

Fibra RM2	$E_t$ (eV)	$N_{cM}$ (cm <sup>-3</sup> )	$N_c$ (cm <sup>-3</sup> )
TS	0.901281	10 <sup>11</sup>	3.124 × 10 <sup>26</sup>
TP	0.9916	10 <sup>11</sup>	1.117 × 10 <sup>28</sup>

**Tabla 6:** Estimación de la energía de activación de las TS y de las TP, caso fibra recocida mediante el Método 2 (RM2)

La Tabla 4 muestra que las trampas profundas tienen mayor energías de activación, siendo lo esperado; la distribución de estados en la banda de conducción de 10<sup>26</sup> y 10<sup>29</sup> cm<sup>-3</sup> para la contribución de estados generadas por las trampas superficiales y profundas, respectivamente. La Tabla 5 muestra que el valor de la energía de activación de trampas profundas es ligeramente menor que el caso presentado en la Tabla 4. En cambio es notable la reducción en la distribución de estados en la banda de conducción, de 10<sup>26</sup> y 10<sup>28</sup> cm<sup>-3</sup>, esto en comparación con los encontrados para el caso de la fibra sin recocido Tabla 4; es razonable el resultado, porque al aumentar la cantidad de vacantes en las fibras como consecuencia del tratamiento térmico con SrO, también se espera que aumente la cantidad de portadores capturados y por ende una disminución de la cantidad de portadores libres en la banda de conducción.

Los resultados de la Tabla 6 muestran mayor disminución en la energía de activación de las trampas profundas, en comparación con los dos casos anteriores, reduciendo la brecha entre estos niveles, esto trae como consecuencia que las transiciones de electrones ocurran más rápido, y a su vez que la PPC tenga menor duración. Por otro lado, la contribución de estados en la banda de conducción por las trampas también se ven disminuidas con respecto a lo encontrado en los dos casos anteriores -ver Tablas 4 y 5-, indicando esto que el tratamiento térmico con SrO en ampolla fue más eficiente en la generación de defectos por vacantes, que en los otros dos casos.

#### 4. Conclusiones

Se crecieron fibras monocristalinas de titanato de estroncio mediante la técnica LHPG, y se caracterizó la fotoconductividad a tres tipos de muestras, así: fibra sin recocido; fibra recocida en polvo de SrO, en atmósfera de aire, y sometida a 1160°C durante

1 hora; y la tercera muestra, fibra recocida en polvo de SrO, en ampolla de cuarzo cerrada a un vacío de 50 mTorr, y sometida a 1160°C durante 1 hora. A partir de las curvas de la PPC se estimaron las energías de activación de trampas superficiales y profundas, resultado consistente con la respuesta PPC encontrada en las tres muestras; como es conocido, estas trampas dan cuenta de la existencia de defectos por vacantes; en este trabajo no determinamos el respectivo tipo de vacantes, sin embargo, estimamos que en las fibras recocidas en SrO (FIBRA#2 y FIBRA#3) presentan vacantes VTi-VO, y que la FIBRA#1 vacantes de oxígeno aisladas VO, que actúan como aceptores profundos; estos defectos serían los responsables de la PPC obtenida. Se encontró que la densidad de estados en la banda de conducción es de un orden de magnitud superior en la muestra no recocida en SrO, esto con respecto a las muestras recocidas en SrO; el resultado concuerda con el hecho de que el tiempo de vida media de los portadores de carga en las trampas profundas de la muestra sin recocido, es 9 veces mayor con respecto al tiempo de la muestra recocida mediante el método 1, y 22 veces mayor con respecto al tiempo de la muestra recocida mediante el método 2; en este sentido, los resultados revelan que en fibras crecidas mediante la técnica LHPG no es necesario aplicar recocido para inducir la PPC. Es importante destacar que el caso de la muestra sin recocido, las vacantes y posibles defectos estructurales generados en la fibra son causados durante su crecimiento debido a las altas tasas de enfriamiento.

#### Reconocimientos

FAPESP 2013/07296-2, INCTMN 2008/57872-1, and CNPq 573636/2008-7. El crecimiento de las fibras fue realizado por el autor J.E. Rueda, en el Laboratorio de Nanomateriales y Cerámicas Avanzadas, localizado en el instituto de Física de São Carlos de la Universidade de São Paulo (USP)-Brazil. La caracterización de la PPC se realizó en el laboratorio de óptica del Grupo Óptica Moderna, Universidad de Pamplona - Colombia.

#### Referencias

- [1] Jiang, Persistent photoconductivity in II-VI and III-V semiconductor alloys and a novel infrared detector, *Journal of Applied Physics* 69(9) (1991) 6701-6703, DOI: 10.1063/1.348889
- [2] Reemts, Persistent photoconductivity in highly porous ZnO films, *Journal of Applied Physics* 101(1) (2007) 013709, DOI: 10.1063/1.2407264
- [3] Poole, Large Persistent Photoconductivity in Strontium Titanate at Room Temperature, *MRS Proceedings* 1792 (2015) mrs15-2090706, DOI: 10.1557/opl.2015.531
- [4] Jia, Unraveling the Mechanism of the Persistent Photoconductivity in Organic Phototransistors, *Advanced Functional Materials* 29(45) (2019) 1905657, DOI: 10.1002/adfm.201905657
- [5] Bachí, Propiedades fotoconductoras de monocristales y láminas delgadas de titanato de estroncio, Universidad Nacional de Tucumán, 2017.
- [6] Reyes, Single-crystal SrTiO<sub>3</sub> fiber grown by laser heated pedestal growth method: influence of ceramic feed rod preparation in fiber quality, *Materials Research* 1(1) (1998) 11-17, DOI: 10.1590/S1516-14391998000100004
- [7] Tarun, Persistent Photoconductivity in Strontium Titanate, *Physical Review Letters* 111(18) (2013) 187403, DOI: 10.1103/PhysRevLett.111.187403



- [8] Guzmán, Estudio de trampas y centros de recombinación en películas delgadas de compuestos híbridos orgánicos/inorgánicos con estructura Perovskita, Universidad Nacional, 2019.
- [9] Rueda J.E, Hernandes A.C., Growth of monocrystalline strontium titanate fibers by laser melting, en Iberoamerican congress on surface, materials and vacuum applications and xxxv brazilian congress on vacuum applications in industry and science (Congresso) 1(1) (2015).
- [10] Rueda J.E, Hernandes A.C., Monocrystalline fiber growth technique: New critical radius consider, Journal of Crystal Growth 5 (2021). DOI: j.jcrysro.2021.126199
- [11] V.V. Prokofiev, J.P. Andreeta, C.J. de Lima, M.R.B. Andreeta, A.C. Hernandes, J.F. Carvalho, A.A. Kamshilin, T. Jaaskelainen, The influence of temperature gradients on structural perfection of single-crystal sillenite fibers grown by the LHPG method, Optical Materials 4 (1995) 521-527. DOI: 0925-3467(94)00123-5
- [12] M.R.B. Andreeta, E.R.M. Andreeta, A.C. Hernandes, R.S. Feigelson, Thermal gradient control at the solid-liquid interface in the laser-heated pedestal growth technique, Journal of Crystal Growth 234 (2002) 754-761. DOI: S0022-0248(01)01736-5
- [13] G. Boulon, M. Ito, C. Goutaudier, Y. Guyot, Advances in growth of fiber crystal by the LHPG technique. Application to the optimization of Yb<sup>3+</sup>-doped CaF<sub>2</sub> laser crystals, Journal of Crystal Growth 292 (2006) 230-235. DOI: j.jcrysro.2006.04.020
- [14] P-Y Chen, C-L Chang, C-W Lan, W-H Cheng, S-L Huang, Two-Dimensional simulations on heat transfer and fluid flow for yttrium aluminium garnet single-crystal fiber in Laser-Heated Pedestal Growth System, Jpn. J. Appl. Phys. 48 (2009) 115504-115507. DOI:10.1143/JJAP.48.115504
- [15] M.R.B. Andreeta, A.C. Hernandes, Laser-Heated Pedestal Growth of Oxide Fibers, Handbook of Crystal Growth, Part.B Crystal Growth from Melt Techniques, Springer, (2010) 393-432. DOI: 978-3-540-74761-1 13
- [16] Bera, S., Ohodnicki, P., Collins, K., et al, Liu, B., Buric, M., Dopant segregation in YAG single crystal fibers grown by the laser heated pedestal growth technique, Journal of Crystal Growth 547 (2020), 125801. DOI: j.jcrysro.2020.125801.
- [17] Y. Lu, D. Jia, F. Gao, T. Hu, Z. Chen, Solid, First-principle calculations of the thermal properties of SrTiO<sub>3</sub> and SrO(SrTiO<sub>3</sub>)<sub>n</sub> (n=1,2), State Communications, 201(2015)25-30. DOI: j.ssc.2014.09.011
- [18] K. Nassau, A.E. Miller, Strontium titanate: an index to the literature on properties and the growth of single crystals, Journal of Crystal Growth 91 (1988) 373-381. DOI: 0022-0248(88)90254-0
- [19] F. Kamutzki, C. Guguschev, D. J. Kok, R. Bertram, U. Juda and R. Uecker, The influence of oxygen partial pressure in the growth atmosphere on the coloration of SrTiO<sub>3</sub> single crystal fibers, CrystEngComm, 2016, 18, 5658. DOI: 10.1039/C6CE01109H
- [20] Rueda-P,Jorge-E ; Hernandes, C.A. Crecimiento de fibras monocristalinas de titanate de estroncio utilizando la técnica LHPG . Revista Bistua.2015.13(2):24-28



## Caracterización mineralógica y geoquímica de la mineralización vetiforme de Au-Ag de la Quebrada Aserradero, municipio de California, Santander (Colombia): implicaciones geometalúrgicas

*Mineralogical and geochemical characterization of the Au-Ag vetiform mineralization of the Aserradero Stream, municipality of California, Santander (Colombia): geometalurgic implications*

Carolina Santamaría-Galvis <sup>a</sup>; Carlos Alberto Ríos-Reyes <sup>a</sup>; Walter Pardave-Livia <sup>b</sup>

<sup>a</sup> Universidad Industrial de Santander, Colombia; carolina.sg.uis@gmail.com

<sup>a</sup> Universidad Industrial de Santander, Colombia; carios@uis.edu.co

<sup>b</sup> Universidad de Santander, Colombia; wal.pardave@mail.udes.edu.co

Correspondencia: carios@uis.edu.co

Recibido: Marzo 24, 2023. Aceptado: Abril 29, 2023. Publicado: Junio 10, 2023

### Resumen

El distrito minero de Vetás-California forma parte del Macizo de Santander, el cual está localizado en el sector nororiental de la Cordillera Oriental de los Andes Colombianos. Allí, se presentan mineralizaciones de tipo hidrotermal y pórfidos. Cerca de la Quebrada La Baja se desarrolla una serie de mineralizaciones vetiformes y brechoideas en un dominio estructural relacionado con estructuras tectónicas locales, como las fallas La Baja, Móngora y Angosturas, y fallas menores asociadas. En la zona de estudio, se identificaron 22 vetas paralelas entre sí con rumbo NE y buzando 75-80° al norte. La mineralización de Au-Ag y los minerales de alteración hidrotermal asociados revelan que este depósito es de tipo hidrotermal de media a alta sulfidación. La caracterización mineralógica se llevó a cabo mediante microscopía de luz transmitida, microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X. Los minerales de alteración hidrotermal incluyen cuarzo, arcillas (illita y caolinita), pirita, sericita, moscovita y alunita, generando zonas de alteración argílica, argílica avanzada, silicificación y filicificación. La mineralización de Au-Ag está asociada con las alteraciones argílica y filicítica. El grado de liberación óptimo para la pirita se obtuvo en una malla de 100 a partir de la molienda del mineral cabeza y análisis microscópico. Las arcillas del grupo de la caolinita, predominantemente dickita, representan un inconveniente durante la molienda y flotación debido a la disminución del flujo del procesamiento mineral, disminución de la recuperación de minerales de interés y aumento de viscosidad. Igualmente, implican mayores costos de operación debido a la necesidad de usar reactivos en la flotación y el espesamiento de relaves. El sistema hidrotermal se derivó de un magma calco alcalino y el depósito se define como un depósito de Au hidrotermal de media a alta sulfuración hospedado en roca calcoalcalina.

**Palabras clave:** Macizo de Santander; mineralización hidrotermal; zonas de alteración; grado de liberación; procesamiento mineral.

### Abstract

The mining district of Vetás-California forms part of the Santander massif, which is located in the northeastern sector of the Eastern Range of the Colombian Andes. There are hydrothermal and porphyry type mineralizations presented there. A series of vetiform and brechoid mineralizations develop near the La Baja brook under a structural domain related to local tectonic structures as La Baja, Móngora and Angosturas faults and associated minor faults. In the study area there are 22 veins parallel to each other with a NE heading and dipping 75-80° to the north. The Au-Ag mineralization and associated hydrothermal alteration minerals reveal that this deposit is of medium to high sulfidation hydrothermal type. Mineralogical characterization was carried out using transmitted light microscopy, scanning electron microscopy, and X-ray diffraction. Hydrothermal alteration minerals include quartz, clays (illite and kaolinite), pyrite, sericite, muscovite, and alunite, generating zones of argillic, advanced argillic, silicification, and phyllic alteration. Au-Ag mineralization is associated with argillic and phyllic alterations. The optimal liberation grade for pyrite was obtained on a 100 mesh size from the head ore **milling** and **microscopic** analysis. Clay minerals of the kaolinite group, predominantly dickite, represent an inconvenience during milling and flotation due to decreased mineral processing flow, reduced recovery of minerals of interest, and increased viscosity. Similarly, they imply higher operating costs due to the need to use reagents in flotation and tailings thickening. The hydrothermal system was derived from an alkaline tracing magma and the deposit is defined as an alkaline rock-hosted medium to high sulfur hydrothermal gold deposit.

**Keywords:** Santander Massif; hydrothermal mineralization; alteration zones; degree of release; mineral processing.

## 1. Introducción

Los depósitos epitermales se pueden encontrar en una variedad de entornos geológicos, que reflejan diferentes combinaciones de configuraciones ígneas, tectónicas y estructurales [1]. El estilo de mineralización más característico en entornos post-subducción extensional es el epitermal de Au de tipo alcalino, asociado con complejos intrusivos alcalinos máficos [2]. Estos depósitos se forman a profundidades someras, generalmente a menos de 1.5 km y a temperaturas entre 150 y 300 °C [6-7]. Los depósitos epitermales son acumulaciones de metales base y preciosos formados por aguas hidrotermales ascendentes a profundidades relativamente someras ( $\leq 900$  m) y baja temperatura (50-200 °C), típicamente alojados en rocas volcánicas y adyacentes, como definió Lindgren [4-5]. La generación de depósitos minerales de clase mundial depende de muchos factores, incluyendo la concentración de metales en el fluido mineral, la duración del sistema mineralizante y la eficiencia del proceso deposicional [8-10]. Además, se han definido dos estilos de mineralización para los depósitos epitermales: alta y baja sulfidación, formados a partir de fluidos de química contrastante [11]. El término sulfidación fue usado por primera vez en la clasificación epitermal, la cual se refiere a depósitos de alta sulfidación caracterizados por una valencia de azufre oxidado ( $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $n = +6$ ) y depósitos de baja sulfidación caracterizados por azufre reducido ( $\text{H}_2\text{S}$ ,  $n = -2$ ) [12]. En el ambiente de baja sulfuración, los fluidos mineralizantes son aquellos que generalmente se extraen mediante la perforación en sistemas geotérmicos activos [13]. El pH casi neutro y los fluidos reducidos forman minerales de sulfuro en estado de baja sulfuración [14]. Por el contrario, los sistemas de alta sulfuración y sus minerales en estado de sulfuración relativamente alta están asociados con fluidos ácidos y oxidados formados en el entorno hidrotermal magmático adyacente a volcanes jóvenes [15-16]. Estos dos estilos de mineralización epitermal también se conocen como los tipos adularia-sericita y ácido-sulfato, respectivamente [18]. Los depósitos epitermales son responsables del 8% del Au y el 17% de Ag a nivel mundial, y son una importante fuente de metales preciosos para países como México, Estados Unidos, Canadá, Chile, Perú, Papua Nueva Guinea y Japón [19]. El distrito minero de Vetas-California (DMVC) muestra una compleja historia geológica. La mineralización allí ocurre en rocas que se originaron en varias fases de sedimentación seguidas de subducción y actividades orogénicas que ocurrieron desde el Precámbrico hasta el Mesozoico. El núcleo del Macizo de Santander consiste en anfibolitas, paraneises y ortoneises graníticos fuertemente tectonizados, metamorfoseados y localmente migmatizados [20]. La mineralización en el DMVC ocurre durante un hiato relativo de un magmatismo de arco en la Cordillera Central [21]. Puede haber una correspondencia entre el ángulo de la losa de subducción y los tipos de mineralización presentes en la superficie [22]. La mineralización vetiforme de oro-plata (Au-Ag), representa un valioso geo-recurso de gran

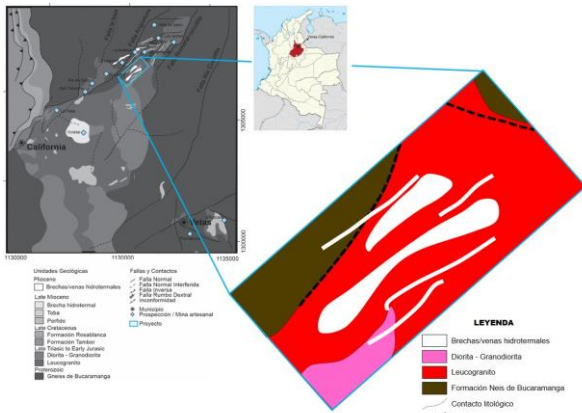
importancia económica debido al alto valor de los metales preciosos que contienen y su demanda en la industria. Este tipo de mineralización es importante para las empresas mineras, como quiera que este tipo de mineralización se encuentra en yacimientos hidrotermales, que pueden ser geológicamente complejos y requerir técnicas avanzadas de exploración y minería, lo cual constituye un desafío para las empresas mineras, pero también puede llevar a importantes descubrimientos de depósitos minerales. El presente estudio tiene como objetivo llevar a cabo una caracterización mineralógica y geoquímica de la mineralización vetiforme de Au-Ag de la Quebrada Aserradero, municipio de California, Santander (Colombia), a fin de establecer implicaciones geometalúrgicas.

## 2. Marco Geológico Regional

El área de estudio se encuentra ubicada al noreste del municipio de California (Fig. 1) y está caracterizada por la ocurrencia de rocas metamórficas del Precámbrico a las que pertenece la Formación Neis de Bucaramanga, considerada como la unidad más antigua del Macizo de Santander, las cuales son cortadas por rocas ígneas de composición granítica del Triásico-Jurásico [23-24] y se evidencia un pulso magmático de edad Mioceno Tardío por la presencia de diques y cuerpos porfiríticos, además de brechas tectono-hidrotermales de edad Plioceno-Pleistoceno [25]. Se evidencia un fuerte control estructural en la presencia de las diferentes fallas en el área del depósito. A nivel regional, la falla principal es la falla Bucaramanga. Sin embargo, el control estructural sobre el depósito se debe a las fallas locales de San Juan, La Baja, Angosturas, Móngora, Paez y Romeral-Cucutilla, así como a otras fallas menores asociadas a estas, las cuales desempeñan un papel importante en la mineralización de la roca caja. En la parte central del macizo de Santander, entre el bloque de Vetas-California y Bucaramanga, el macizo muestra un patrón de falla particular con fallas de tendencia predominantemente NE-SW, como la Falla de Surata, de movimiento dextral [26]. Esta falla coincide con las vetas del depósito y es paralela o subparalela a ellas. El Gneis compone la unidad más antigua del basamento ígneo-metamórfico del macizo de Santander y es la unidad de mayor extensión y mayor interés, ya que en ella se llevará a cabo la explotación aurífera. Esta unidad se compone de gneises que varían composicionalmente, cuarcitas, anfibolitas y localmente migmatitas. También se presenta esporádicamente granulitas. El metamorfismo regional de esta unidad ha alcanzado las condiciones de facies anfibolita, zona de la silimanita superior [27]. Estudios geocronológicos han establecido una edad máxima de depositación del protolito para esta unidad como Meso-Proterozoico (edad de depositación entre ~1200-1300 Ma; según edades U-Pb en zircones detríticos) [28]. En la región, aflora un cuerpo intrusivo de edad Triásica a Jurásica, los cuales han aprovechado las zonas de fracturamiento a las que está sometido el Gneis de Bucaramanga, que hace las veces de roca caja. En general, se trata de cuerpos félsicos con



variaciones texturales y composicionales que dependen de las condiciones de emplazamiento. Se presenta igualmente alaskita, referido a rocas ígneas de afinidad granítica (SL), con contenidos muy bajos en minerales máficos (generalmente <5%). La mineralización en los distritos de California y Vetas ocurrió durante un hiato relativo de magmatismo de arco en la Cordillera Central [21]. Puede haber una correspondencia entre el ángulo de la losa de subducción y los tipos de mineralización presentes en la superficie [22]. Algunos autores [18, 23-24] han demostrado que el “aplanamiento” de la losa o el empujamiento inicial de una losa plana produce un entorno que favorece la génesis de depósitos minerales. La mineralización en el área ocurre en rocas que se originaron en varias fases de sedimentación seguidas de subducción y actividades orogénicas que ocurrieron desde el Precámbrico hasta el Mesozoico [20]. El área de estudio se caracteriza por la presencia de yacimientos auríferos de tipo epitermal, los cuales son sistemas de alta sulfidación para el sector de California y baja sulfidación para Vetas, según lo descrito por [18]. La caracterización del yacimiento la Tosca, un depósito hidrotermal de Au y Ag, ha permitido su clasificación como un depósito probablemente de baja sulfidación [29]. Existe un factor dominante en el DMVC: la morfología de los depósitos, generalmente relacionada con vetas, filones y brechas mineralizadas. El presente trabajo se desarrolla en esta región, más exactamente cerca de la vereda Angosturas, atravesando la quebrada Aserradero.



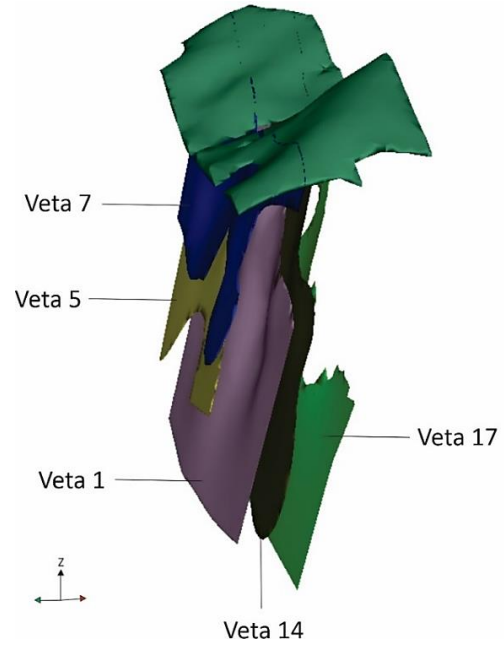
**Figura 1.** Geología y ubicación del área de estudio dentro del DMVC. Fuente: [27].

En esta zona, se han realizado perforaciones de sondeos con anterioridad, de las cuales se obtuvieron 50 muestras para analizar. Igualmente, se obtuvo información del modelo geológico para el yacimiento, que consiste en bloques tabulares o vetas. En este modelo, se observan las 22 vetas que lo conforman. Este depósito de metales preciosos (Au-Ag) presenta como característica principal una mineralización asociada con brechas magmático-hidrotermales que tienen un fuerte control estructural,

evidenciado por la presencia de varias fallas alrededor del área de estudio.

### 3. Materiales y métodos

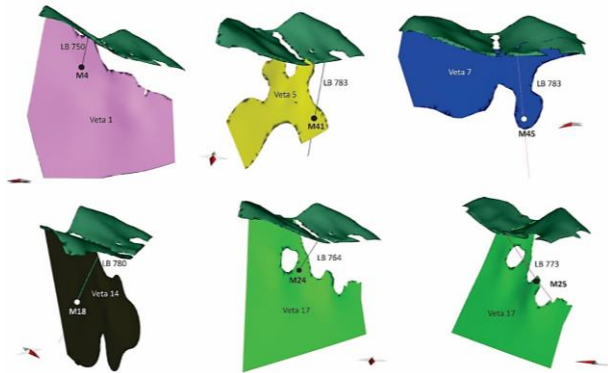
#### 3.1 Muestreo



**Figura 2.** Disposición de las vetas mineralizadas de las cuales se obtuvieron las muestras para caracterización mineralógica. Fuente: Autores.

La exploración se realizó mediante un modelo geometalúrgico del depósito, el cual fue realizado en la estructura mineralizada de la zona a partir de lo cual se modelaron 22 vetas. La ley de corte para el Au se estableció en 3,85 ppm. En las 22 vetas consideradas por su ley de Au se hicieron perforaciones para obtener muestras con las cuales se realizaron las pruebas, para identificar las zonas, áreas y profundidades posibles con el software RECMIN. Se obtuvieron núcleos de perforación de la mineralización vetiforme de Au-Ag, a partir de los cuales se seleccionaron las muestras más representativas según su composición mineralógica y el tipo de alteración presente. El objetivo era obtener información preliminar sobre el porcentaje y distribución de minerales mena y ganga, el patrón textural y el tipo de alteraciones. Además, se realizó el cálculo de liberación mineral y la caracterización a escala macroscópica de 50 muestras. Se seleccionaron aquellas de mayor interés para realizar análisis por petrografía convencional, microscopía electrónica de barrido (MEB) y difracción de rayos X (DRX). Las vetas modeladas son sub-paralelas entre sí con rumbo NE, y buzamiento 75-85° NW, son vetas con un espesor muy variable desde metros a centímetros, pero con una buena continuidad tanto lateral como en profundidad, fueron elegidas 5 vetas principales para la petrografía (1,5,7,14,17) como se ilustra en la Fig. 2.

De cada una de estas vetas se obtuvieron dos o tres muestras provenientes de núcleos de perforación. De estas, se seleccionaron aquellas que eran más representativas (Fig. 3), de acuerdo con su composición mineralógica y el tipo de alteración presente. El objetivo era obtener información preliminar sobre el porcentaje de minerales mena y ganga presentes, además de definir las texturas y alteraciones presentes en la muestra de mano. Para obtener la información petrográfica necesaria y realizar los análisis geoquímicos correspondientes, se prepararon secciones delgadas.



**Figura 3.** Ubicación de las muestras de interés en cada una de las vetas seleccionadas. Fuente: Autores.

### 3.2 Cálculo del grado de liberación mineral

La molienda de las muestras para el cálculo del grado de liberación mineral se llevó a cabo en el laboratorio de beneficio mineral de la Escuela de Metalurgia de la Universidad Industrial de Santander, mientras que el análisis microscópico se realizó en el laboratorio de microscopía de la Escuela de Geología. En primer lugar, se fragmentó cada muestra y se seleccionaron diferentes tamaños de partículas definidos por el número de malla utilizado para el análisis. A continuación, se determinó cuantitativamente el grado de liberación alcanzado por cada especie mineral, estableciendo dos porcentajes: el área ocupada por cada uno de los componentes y el área de superficie expuesta o su periferia. Para realizar este procedimiento de manera adecuada, se utilizó un microscopio o una lupa con el aumento necesario para distinguir las diferentes partículas y los componentes que las conforman. Para cada mineral se calculó el producto entre las dos áreas mencionadas anteriormente y se sumaron todos los porcentajes resultantes. Finalmente, para obtener el grado de liberación, se calculó el cociente entre la sumatoria de estos porcentajes y la cantidad de partículas analizadas.

### 3.3 Caracterización

El análisis petrográfico se llevó a cabo por microscopía de luz transmitida, utilizando un equipo trinocular marca Nikon, modelo Labophot2-POL con el fin de observar los rasgos texturales y microestructurales, tomando fotomicrografías con el objetivo 5x. El análisis mineralógico y composicional se llevó a cabo por microscopía electrónica de barrido (SEM)

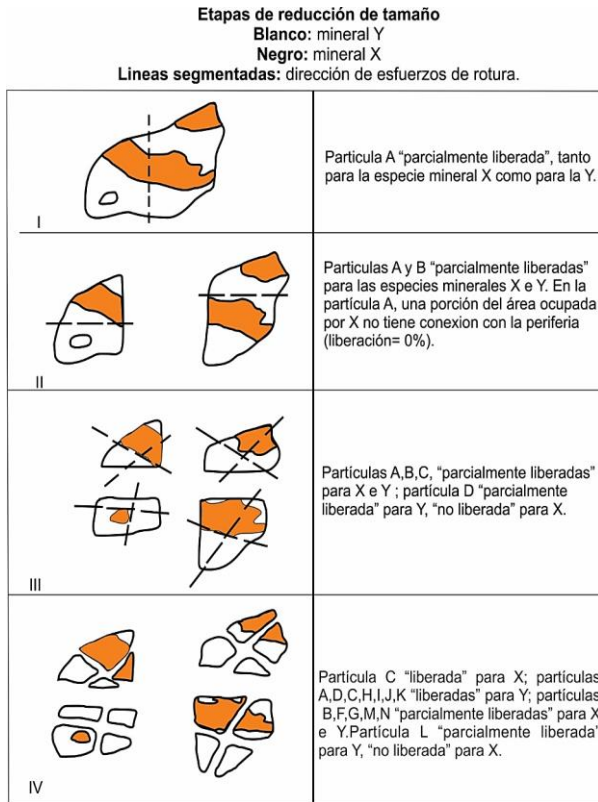
usando un equipo QUANTA FEG 650 marca FEI, bajo las siguientes condiciones analíticas: aumento = 120-1000x, HFW = 2.49 mm - 298.0  $\mu\text{m}$ , HV = 25 kV, WD = 10.1-10.9, signal = SE y Z Cont, detector = ETD y BSED, detector EDS EDAX APOLO X con resolución de 126.1 eV (en. Mn  $K\alpha$ ). Para el análisis por difracción de rayos-X (XRD) de muestras policristalinas, se empleó un equipo marca BRUKER, modelo D8 ADVANCE con geometría DaVinci, bajo las siguientes condiciones: voltaje (kV) 40, corriente (mA) 40, rendija de divergencia (mm), rendijas Soller primario 2.5, rendijas soller secundario 2.5, tamaño de paso ( $^{\circ}2\theta$ ), tiempo por paso (0.6 s), paso de  $0.02035^{\circ}$  ( $^{\circ}2\theta$ ), rango de registro ( $^{\circ}2\theta$ ) de 2 a  $70^{\circ}$ , radiación  $\text{CuK}\alpha 1$ , filtro de níquel, uso de antidispersor de aire, detector lineal LynxEye, barrido a pasos. El espécimen seleccionado de la muestra fue molido en un mortero de ágata y posteriormente tamizado hasta un tamaño de partícula menor a  $38 \mu\text{m}$  (400 mesh); para su respectiva medición la muestra fue montada en un portamuestras de polimetilmetacrilato (PMMA) mediante la técnica de llenado frontal. El análisis cualitativo de las fases cristalinas presentes se realizó mediante la comparación gráfica (Boolean Search) utilizando el programa especializado Crystallographica SEARCH/MATCH.

## 4. Resultados

### 4.1 Grado de liberación mineral

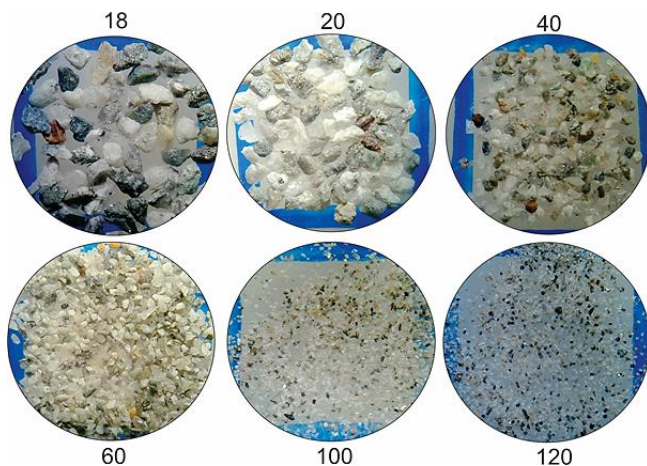
El grado de liberación es una expresión cuantitativa de la magnitud en que la molienda es capaz de obtener partículas minerales libres. La determinación del grado de liberación de un determinado mineral solo es posible mediante la utilización de estudios microscópicos, y dado que es un parámetro de importancia decisiva tal determinación debe basarse en una metodología técnica y científicamente bien fundamentada. El grado de liberación mineral es de considerable interés para la optimización de procesos en la industria de los minerales. La molienda excesiva puede resultar en partículas minerales (monofásicas) demasiado pequeñas para ser separadas de manera eficiente de la ganga por métodos convencionales, especialmente la flotación [30]. El grado de liberación mineral (Fig. 4) corresponde al promedio calculado a partir de las variadas magnitudes de liberación alcanzadas por cada mineral. El grado de liberación es una expresión cuantitativa de la magnitud en que la molienda es capaz de obtener granos minerales “libres”, y su determinación solo es posible mediante el análisis microscópico. La textura de una mena es de gran importancia para el metalurgista, ya que el grado de liberación de los minerales durante la etapa de molienda depende de la forma en que los diferentes minerales se encuentran asociados en la mena, el tamaño de cada grano mineral, las características de sus bordes, su clivaje, fracturas y grado de alteración [31].





**Figura 1.** Etapas de reducción de tamaño para el cálculo del grado de liberación mineral. Fuente: Autores.

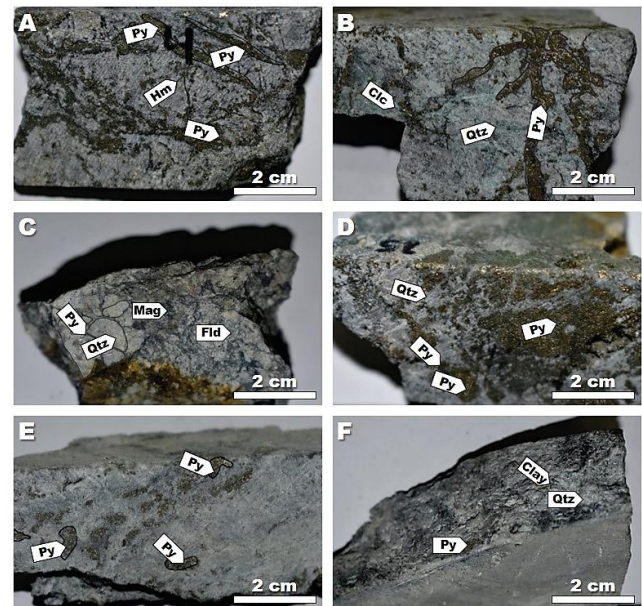
El material utilizado para la molienda y el cálculo del grado de liberación fue un compuesto de las muestras obtenidas de los núcleos de perforación. El grado de liberación óptimo para la pirita se obtuvo utilizando una malla de 100-120, con porcentajes de recuperación mayores al 97%. Sin embargo, la molienda excesiva genera sobrecostos, por lo que se seleccionó la malla 100 como la opción más viable para llevar a cabo el proceso inicial de aprovechamiento mineral. Los diferentes tamaños obtenidos después de la molienda y el tamizado se pueden observar en la Fig. 5.



**Figura 2.** Microfotografías representativas del grado de liberación mineral para diferentes tamaños de malla. Fuente: Autores.

#### 4.2 Caracterización mineralógica

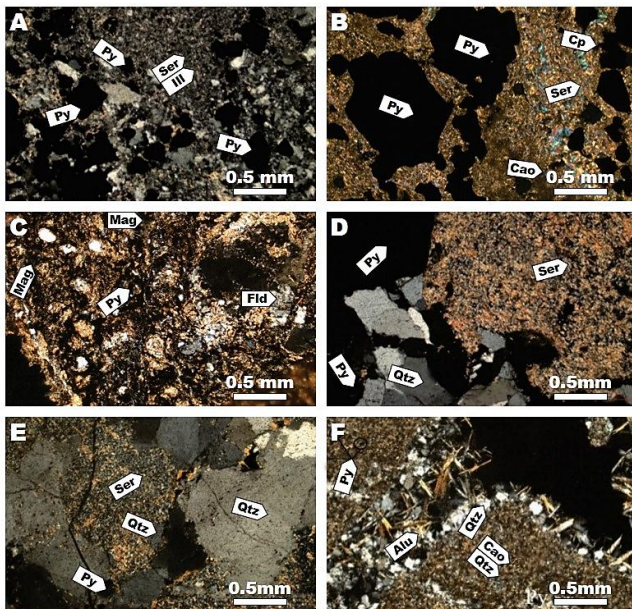
Durante el proceso de beneficio de minerales, es importante llevar a cabo una evaluación integral para obtener grandes beneficios. Esto puede lograrse mediante diferentes técnicas, dentro de las cuales el análisis mineralógico es fundamental [31-33]. El análisis petrográfico revela características propias de un ambiente hidrotermal, con texturas en su mayoría de tipo brechoide. Se seleccionaron las muestras que presentaban mayores contenidos de Au-Ag-Cu, de acuerdo con la información proporcionada por la empresa minera encargada de las perforaciones y el logueo geológico. Por lo tanto, las asociaciones minerales y el tipo de alteraciones presentes representan un indicio sobre la distribución de la mineralización vetiforme. En la Fig. 6 se ilustran los principales rasgos observados a escala macroscópica de dicha mineralización. La Fig. 6A ilustra la presencia de vetillas de pirita y hematita entrecruzadas en una matriz silíceá. La Fig. 6B muestra vetillas de pirita y la presencia de calcantita. Se observa una brecha hidrotermal con presencia de cuarzo, pirita, magnetita y feldespato en la Fig. 6C. Las Figs. 6D-6E ilustran la ocurrencia de pirita diseminada con evidencias de oxidación y diseminada en una masa silíceá, respectivamente. La Fig. 6F muestra una vetilla hidrotermal compuesta por arcillas, cuarzo y algunos cristales de pirita diseminados, y presenta una estructura masiva con formación de vetillas de cuarzo o arcillas.



**Figura 3.** Fotografías de muestras de mano representativas de la mineralización vetiforme de Au-Ag. Qtz, cuarzo; Fld, feldespato; Clay, arcillas; Py, pirita; Hm, hematita; Mag, magnetita; Clc, calcantita. Fuente: Autores.

Las microfotografías de la Fig. 7 exhiben los principales rasgos texturales y composicionales observados en sección delgada. La Fig. 7A ilustra la presencia de cuarzo anhedral, pequeños cristales de pirita subhedral e illita en paragénesis conformando una alteración filica con presencia de Au-Ag.

En la Fig. 7B se observan cristales euhedrales a subhedrales de pirita en una matriz de sericita, cristales diminutos de moscovita y posiblemente minerales arcillosos que aparecen como manchas de color marrón, y cristales de calcopirita, definiendo una asociación mineral típica de una alteración filica. La Fig. 7C muestra una textura brechoide-cataclástica con presencia de feldespato alcalino, pirita, magnetita y posiblemente arcillas, con fuerte alteración del feldespato, definiendo una alteración argílica intermedia. El feldespato está completamente alterado a arcillas. En la Fig. 7D se observa una textura brechoide y asociación mineral cuarzo-pirita-sericita, característica de una alteración filica o cuarzo sericita. La muestra contiene fragmentos de cuarzo-pirita-feldespato alterando a sericita, la cual conforma la matriz, así como una microfRACTURA que atraviesa el área en la cual se encontró, mediante análisis SEM, un relleno composicionalmente variado constituido de cuarzo, telurio de Pb y minerales de Ca, definiendo una asociación cuarzo-pirita-sericita típica de una alteración filica.



**Figura 4.** Microfotografías representativas de las alteraciones minerales que acompañan la mineralización vetiforme de Au-Ag. Qtz, cuarzo; Fld, feldespato; Py, pirita; Cp, calcopirita; Mag, magnetita; Ser, sericita; Cao, caolinita; Ill, illita; Alu, alunita. Fuente: Autores.

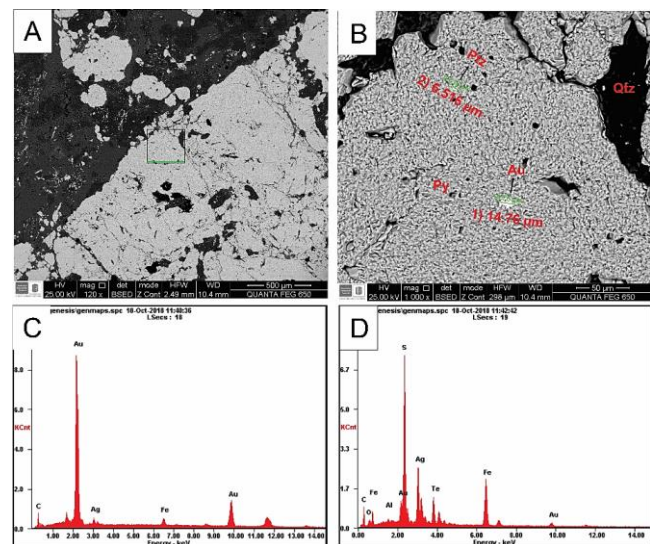
En la Fig. 7E se observan fragmentos de cuarzo-pirita-feldespato que alteran a sericita, conformando la matriz, así como una microfRACTURA que contiene un relleno composicionalmente variado. Este hallazgo sugiere tres pulsos hidrotermales sucesivos, en el primero se produce la alteración total de feldespatos a sericita, lo que da como resultado una matriz cuarzo-sericita. En el segundo pulso, la reacción fluido-roca lleva a la caolinitización de la sericita y la formación de pirita diseminada en la muestra. En el tercer pulso hidrotermal se forman las vetillas, y dicho fluido hidrotermal contiene sulfatos y promueve la alunitización de la caolinita, lo que sugiere que este fluido presenta un pH ligeramente mayor a 2. La cristalización en estas vetillas se

produce del núcleo hacia los bordes, donde cristaliza el cuarzo de menor temperatura. Con base en estas características y en la asociación mineral cuarzo-alunita-caolinita, se infiere una alteración argílica avanzada caracterizada por la destrucción total de los feldespatos en condiciones de hidrólisis muy fuerte, lo que conlleva a la formación de caolinita y alunita (Fig. 7F).

#### 4.3 Caracterización geoquímica

Los análisis realizados mediante microscopía electrónica de barrido permitieron distinguir el modo de ocurrencia del Au y Ag en el depósito vetiforme. De las 6 muestras seleccionadas, se presentan a continuación 3 de ellas en las que se evidenció la presencia de Au.

La Fig. 8 muestra el resultado obtenido mediante MEB para la muestra 4 de la veta 1. La Fig. 8A muestra pirita masiva cuya composición fue confirmada mediante su porcentaje elemental. Dentro de esta pirita, se observaron unas diminutas partículas con un brillo superior sobre las cuales se realizó el análisis puntual para confirmar la presencia de Au y su modo de ocurrencia. La Fig. 8B revela partículas de Au de 6.516  $\mu\text{m}$  y 14.760  $\mu\text{m}$ , respectivamente, las cuales presentan formas esféricas con bordes irregulares y una asociación mineralógica compuesta por cuarzo + pirita + sericita + illita. En la Fig. 8C se muestra el porcentaje elemental para la partícula (1), en donde el contenido de Au corresponde al 82.5% (Au nativo) y un 4% de Ag. El C es resultado del recubrimiento de carbono aplicado a la muestra para hacerla conductora y poder observarla mediante MEB. En la Fig. 8D se muestra el porcentaje elemental para la partícula (2), en donde el contenido de Au, Ag y Te corresponde al 9.47%, 22.24% y 13%, respectivamente. De acuerdo con esta composición, el Au en esta partícula está asociado a telurios, específicamente a petzita. El C, igualmente, es resultado del recubrimiento.



**Figura 5.** Microfotografías obtenidas mediante MEB para la muestra 4. Qtz, cuarzo; Ptz, petzita; Py, pirita; Au, oro. Fuente: Autores.



En la Fig. 9 se muestra el resultado obtenido mediante MEB para la muestra 18 de la veta 14. La Fig. 9A presenta un agregado granular de pirita masiva fracturada, cuya composición fue confirmada mediante su porcentaje elemental. Dentro de esta pirita se evidencian unas diminutas partículas con un brillo superior, sobre las cuales se realizará un análisis puntual para confirmar la presencia de Au y su modo de ocurrencia. La Fig. 9B ilustra partículas de Au y calcopirita (Cp) incluidas en el agregado granular de pirita. El Au en esta región presenta tamaños de 7.627  $\mu\text{m}$  y forma esférica con bordes redondeados. La Fig. 9C muestra el espectro de dispersión de energía para la partícula de Au encontrada, en la cual se confirma la presencia de Au y Ag. Por último, la Fig. 9D muestra la tabla de porcentaje elemental para la partícula de Au encontrada, donde se confirma la presencia de Au nativo de acuerdo con el porcentaje de Au presente (75.36%). El contenido de carbono (C) corresponde probablemente al recubrimiento utilizado para hacer la muestra conductora.

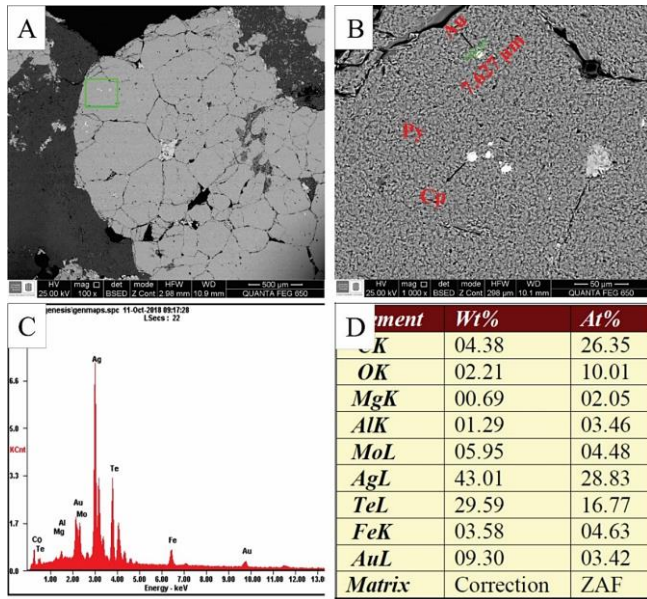


Figura 6. Microfotografías obtenidas mediante MEB para la muestra 18. Py, pirita; Cp, calcopirita; Au, oro. Fuente: Autores.

En la Fig. 10 se muestra el resultado obtenido mediante MEB para la muestra 24 de la veta 17. La Fig. 10A muestra un agregado granular de pirita en asociación mineral con sericita-illita. Dentro de esta pirita, se evidencia una partícula con un brillo superior, sobre la cual se realizará el análisis puntual para confirmar la presencia de Au y su modo de ocurrencia. La Fig. 10B revela una partícula seleccionada para análisis puntual incrustada en un fragmento de pirita masiva. La Fig. 10C muestra una partícula de Au anhedral de 21.90  $\mu\text{m}$  encapsulada en un cristal de pirita. La Fig. 10D muestra el espectro de dispersión de energía y la tabla de porcentaje elemental para la partícula de Au encontrada, donde se confirma la presencia de Au nativo de acuerdo con el porcentaje de Au presente (75.36%). El contenido de

carbono (C) corresponde probablemente al recubrimiento utilizado para hacer la muestra conductora.

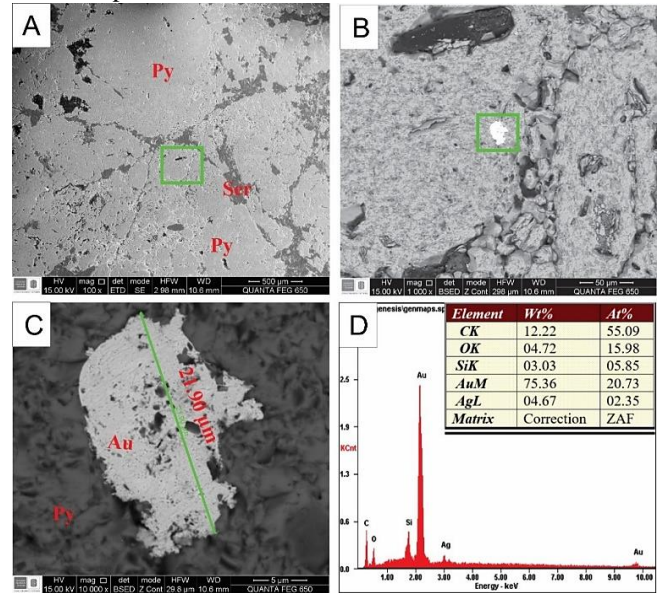


Figura 7. Microfotografías obtenidas mediante MEB para la muestra 24. Py, pirita; Ser, sericita; Au, oro. Fuente: Autores.

El análisis de difracción de rayos X, el cual es una herramienta esencial en la caracterización mineralógica, ya que permite obtener información valiosa sobre la identidad, estructura y propiedades de los minerales presentes en una muestra, permitió determinar la mineralogía de las muestras seleccionadas (16), con base en la identificación de fases cristalinas con ayuda de la base de datos PDF-2 del International Centre for Diffraction Data (ICDD).

La Fig. 11 muestra un patrón de difracción de rayos X de la muestra 19065003 (M24), el cual revela que las fases cristalinas identificadas corresponden principalmente a cuarzo -  $\text{SiO}_2$  (PDF No. 46-1045) y trazas de sanidina -  $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$  (PDF No. 10-0353) y moscovita -  $\text{KAl}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH})_2$  (PDF No. 07-0032).

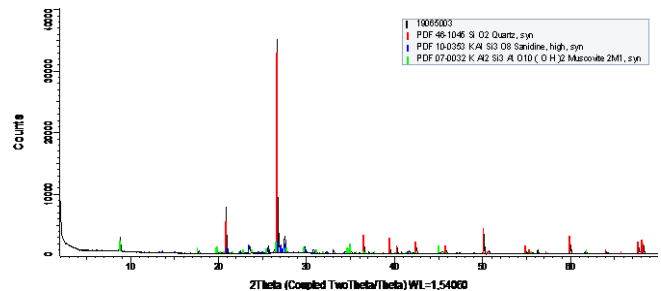


Figura 8. Patrón de difracción de rayos - X de las fases identificadas en el espécimen seleccionado de la muestra 19065003 (M24). Fuente: Autores.

El patrón de difracción de rayos X de la Fig. 12 revela los tipos de arcillas presentes en la muestra 19065003 (M24), el cual muestra la ocurrencia de dos minerales arcillosos que corresponden a dickita -  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4(\text{HCONH}_2)$  (PDF No.74-1758) e illita -  $(\text{K},\text{H}_3\text{O})\text{Al}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH})_2$  (PDF No. 26-0911).

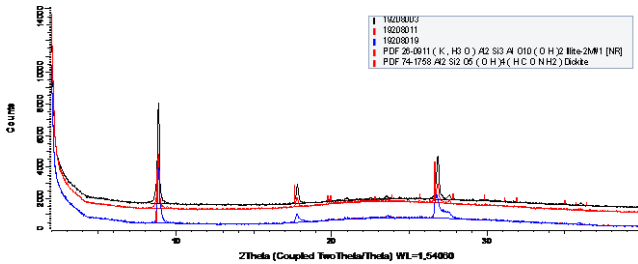


Figura 9. Patrón de difracción de rayos – X de las fases identificadas en la fracción arcillosa de la muestra 19065003 (M24). Fuente: Autores.

#### 4.4 Alteración hidrotermal

La mineralogía de la ganga está compuesta principalmente por cuarzo de grano muy fino. En la mayoría de las muestras obtenidas, la textura original ha desaparecido y se ha dado una mineralización del cuarzo por reemplazo. Se pueden observar texturas primarias en el cuarzo a nivel microscópico, además de evidencias de deformación y fracturas evidenciadas por la presencia de cuarzo ondulado y notorias fracturas. De acuerdo con las asociaciones minerales encontradas, se definen dos tipos de alteración hidrotermal presentes en el área del proyecto. La alteración fílica o sericítica se caracteriza en este depósito por la paragénesis cuarzo + pirita + sericita (illita) y está distribuida extensamente en el depósito. Los feldespatos han sido completamente transformados a illita como resultado de un fuerte proceso de hidrólisis. Con base en la paragénesis encontrada, se definen una temperatura de 200-250°C y un pH de 4-6. En las rocas con este tipo de alteración, se identificó gran parte de la mineralización presente. Finalmente, se presenta una alteración argílica intermedia-argílica avanzada, caracterizada por las paragénesis cuarzo + dickita + illita y cuarzo + dickita + illita + alunita. En este tipo de alteración, se encuentra alojada igualmente parte de la mineralización de Au-Ag.

#### 4.5 Mineralización

La mineralización en este depósito se presenta asociada al sulfuro principal (pirita). Con la ayuda de los análisis de difracción de rayos X, se logra identificar el modo de ocurrencia del Au, encontrándose encapsulado en la pirita en paragénesis con cuarzo + pirita + illita + dickita. Consiste en partículas microscópicas principalmente de telururos de Au-Ag y contenido mínimo de Au nativo. El tamaño de las partículas oscila desde 2 hasta 22 µm. Se definen dos etapas mineralizantes principales con cuarzo, moscovita, sericita, arcillas como minerales no metálicos (ganga) y pirita, calcopirita, magnetita, hematita, rutilo y Au y Ag, como constituyentes metálicos (mena). De acuerdo con las descripciones petrográficas y los resultados obtenidos mediante DRX, se propone una secuencia paragenética para el depósito (Fig. 13).

Mineral	Fase hidrotermal		
	Pre-mineralización	Mineralización	
	I	II	III
Cuarzo	■	■	■
Feldespato	■		
Biotita	■		
Sericita		■	
Arcillas			■
Moscovita	■		
Pirita		■	■
Magnetita			■
Hematita			■
Calcopirita			■
Au nativo			■
Silvanita			■
Petzita			■
Calcanita			■
Covelita			■
Bornita			■
Talco			■

Figura 10. Secuencia paragenética propuesta para el depósito. Fuente: Autores.

### 5. Conclusiones

La mineralización vetiforme que es objeto del presente estudio está constituida principalmente por cuarzo (55%), arcillas (illita-dickita) (25%), pirita (15%) y feldespatos (5%). Los minerales de mena incluyen Au (nativo, electrum, silvanita, petzita), pirita, calcopirita, enargita, bornita, calcosina, hematita, magnetita y rutilo. La ganga está compuesta principalmente por cuarzo, sericita, arcillas (illita, dickita y montmorillonita en menor proporción) y, en cantidades menores, moscovita, ortoclasa, flogopita y biotita. También se pueden observar alteraciones fílicas y argílicas de intermedia a avanzada. El oro se encuentra en forma nativa o encapsulado en silvanita (Te-Au-Ag), petzita (Ag-Te-Au) o pirita (Fe<sub>2</sub>S), con un tamaño de 2 a 22 µm. La caracterización mineralógica de un yacimiento permite su tratamiento efectivo para obtener el mayor porcentaje de recuperación mineral. Sin embargo, cada yacimiento posee características geológicas y mineralógicas diferentes, por lo que es necesario realizar una completa caracterización de los minerales presentes con el fin de elegir los procesos metalúrgicos más eficientes para una correcta separación de los metales de interés. El grado de liberación óptimo del mineral se obtuvo para la malla 100-120, y no se evidencia ninguna fase mineral que intervenga de manera negativa durante el proceso de beneficio mineral. Se definió realizar un proceso de concentración por flotación selectiva, por medio del cual se obtendrá un concentrado de cobre y otro de pirita aurífera, alcanzando recuperaciones globales de 99% de Cu, 97% de Au y 80% de Ag. La mineralogía aplicada es de gran importancia para brindar soluciones a diferentes problemas de beneficio mineral, y la aplicación de modelos geo-metalúrgicos en la planificación minera permite integrar las tres disciplinas básicas de una operación minera: geología, metalurgia y minería. Esto permite optimizar el uso de los recursos minerales y los procesos de rendimiento a lo largo de la vida útil de la mina. El presente estudio es esencial antes de la selección del método de beneficio, para garantizar que los procesos seleccionados conduzcan a la mayor

recuperación mineral y a la reducción de costos en el procesamiento.

## Reconocimientos

Este trabajo forma parte del trabajo de grado de C. Santamaría. Los autores estamos agradecidos con los laboratorios de Preparación de Muestras de la Escuela de Geología, de Petrografía del Grupo de Investigación en Geología Básica y Aplicada, y de difracción de rayos X y microscopía del Laboratorio Central de la Universidad Industrial de Santander y su personal profesional, por sus útiles comentarios y discusiones, así como por su asistencia en la adquisición de datos analíticos. El manuscrito se benefició de los comentarios constructivos de los revisores anónimos. Estamos muy agradecidos con estas personas e instituciones por su apoyo.

## Referencias

- [1] White N.C., Hedenquist J.W., Epithermal environments and styles of mineralization: Variations and their causes, and guidelines for exploration, *Journal of Geochemical Exploration* 36(1-3) (1990) 445-474. [https://doi.org/10.1016/0375-6742\(90\)90063-G](https://doi.org/10.1016/0375-6742(90)90063-G).
- [2] Richards, J.P., Postsubduction porphyry Cu-Au and epithermal Au deposits: Products of remelting of subduction-modified lithosphere, *Geology* 37(3) (2009) 247-250. <https://doi.org/10.1130/G25451A.1>.
- [3] White N.C., Hedenquist J.W., Epithermal Gold Deposits: Styles, Characteristics and Exploration. Society of Economic Geologists Newsletter 1(23) (1995) 9-13.
- [4] Waldemar L., A suggestion for the terminology of certain mineral deposits, *Economic Geology* 17(4) (1922) 292-294. <https://doi.org/10.2113/gsecongeo.17.4.292>.
- [5] Waldemar L., Mineral deposits. McGraw-Hill Book Company, Inc. Fourth edition, Vol. 3 (1933), Nueva York, Estados Unidos de America. ISBN: 0548807906.
- [6] Hedenquist J.W., Arribas A., Gonzalez-Urien E., 2000, Exploration for epithermal gold deposits, *Reviews in Economic Geology*, 13, 245-278.
- [7] Simmons S.F., White N.C., John D.A., Geological Characteristics of Epithermal Precious and Base Metal Deposits, *Economic Geology* 17 (2005) 485-522. <https://doi.org/10.2113/gsecongeo.17.4.292>.
- [8] Simmons S.F., Brown K.L., Gold in magmatic hydrothermal solutions and the rapid formation of a giant ore deposit, *Science*, 314(5797) (2006) 288-291. October 2006. ISSN: 1095-9203. <https://doi.org/10.1126/science.1132866>.
- [9] Richards J.P., Mumin A.H., Magmatic-hydrothermal processes within an evolving Earth: Iron oxide-copper-gold and porphyry Cu ± Mo ± Au deposits, *Geology* 41(7) (2013) 767-770. <https://doi.org/10.1130/G34275.1>.
- [10] Banks O., Bozkaya, D.A., Bozkaya O., Direct observation and measurement of Au and Ag in epithermal mineralizing fluids, *Ore Geology Reviews* 111 (2019) 102955. <https://doi.org/10.1016/j.oregeorev.2019.102955>
- [11] Hedenquist J.W., Mineralization Associated with Volcanic-Related Hydrothermal Systems in Circum-Pacific Basin, *AAPG Bulletin* 70 (1986) Abstract. <https://doi.org/10.1306/9488648e-1704-11d7-8645000102c1865d>.
- [12] Henley R.W., Ellis A.J., Geothermal systems ancient and modern: a geochemical review, *Earth-Science Reviews* 19 (1983) 4-10. January 1983. ISSN: 0012-8252. [https://doi.org/10.1016/0012-8252\(83\)90075-2](https://doi.org/10.1016/0012-8252(83)90075-2).
- [13] Barton P.B., Skinner B.J., 1979, Sulfide mineral stabilities. In: H.L. Barnes, ed., *Geochemistry of Hydrothermal Ore Deposits*. Wiley Interscience. Second edition. New York, Estados Unidos de America (1979) 278-403. ISBN: 0471050563.
- [14] Ransome F.L., The association of alunite with gold in the Goldfield district, Nevada. *Economic Geology* 2 (1907) 667-692. <https://doi.org/10.2113/gsecongeo.2.7.667>.
- [15] Hedenquist J.W., Lowenstern J.B., The role of magmas in the formation of hydrothermal ore deposits, *Nature* 370 (1994) 519-527. <https://doi.org/10.1038/370519a0>.
- [16] Heald P., Foley N.K., Hayba D.O., Comparative anatomy of volcanic-hosted epithermal deposits: Acid sulfate and adularia-sericite types, *Economic Geology* 82(1) (1987) 1-26. <https://doi.org/10.2113/gsecongeo.82.1.1>.
- [17] Wang L., Qin K.Z., Song G.X., Li G.M., A review of intermediate sulfidation epithermal deposits and subclassification, *Ore Geology Reviews* 107(19) (2019) 434-456. <https://doi.org/10.1016/j.oregeorev.2019.02.023>.
- [18] Mathur R., Ruiz J., Herb P., Hahn L., Burgath K.P., Re-Os isotopes applied to the epithermal gold deposits near Bucaramanga, northeastern Colombia, *Journal of South American Earth Sciences* 15(7) (2003) 815-821. [https://doi.org/10.1016/S0895-9811\(02\)00126-8](https://doi.org/10.1016/S0895-9811(02)00126-8).
- [19] Pindell J.L., Barret S.F., 1990, Geological evolution of the Caribbean region: A plate-tectonic perspective. In: Dengo, G., Case, J.E., (Eds.), *The Caribbean Region*. Boulder, Colorado, Geological Society of America vol. H (1990), 339-374. <https://doi.org/10.1130/DNAG-GNA-H.405>.
- [20] Sillitoe R.H., A plate tectonic model for the origin of porphyry copper deposits, *Economic Geology* 67(2) (1972) 184-197. <https://doi.org/10.2113/gsecongeo.67.2.145>.
- [21] Skewes M.A., Stern C.R., Tectonic trigger for the formation of late Miocene Cu-rich breccia pipes in the Andes of central Chile, *Geology* 22(6) (1994) 551-554. [https://doi.org/10.1130/0091-7613\(1994\)022<0551:TFTFO>2.3.CO;2](https://doi.org/10.1130/0091-7613(1994)022<0551:TFTFO>2.3.CO;2).
- [22] Kay S.M., Mpodozis C., Central Andean Ore deposits linked to evolving shallow subduction systems and thickening crust, *GSA Today* 11(3) (2001) 4-9. [https://doi.org/10.1130/1052-5173\(2001\)011<0004:CAODLT>2.0.CO;2](https://doi.org/10.1130/1052-5173(2001)011<0004:CAODLT>2.0.CO;2).
- [23] Mantilla L.C., Bissig T., Cottle J.M., Hart C., Remains of early Ordovician mantle-derived magmatism in the Santander Massif (Colombian Eastern Cordillera), *Journal of South American Earth Sciences* 38 (2012) 1-12. <https://doi.org/10.1016/j.jsames.2012.03.001>.
- [24] Mantilla L.C., Bissig T., Valencia V., Hart C., The magmatic history of the Vetás-California mining district, Santander Massif, Eastern Cordillera, Colombia, *Journal of South American Earth Sciences* 45 (2013) 235-249. <https://doi.org/10.1016/j.jsames.2013.03.006>.
- [25] Rodríguez A.L., Geology, Alteration, Mineralization and Hydrothermal Evolution of the La Bodega-La Mascota deposits, California-Vetas Mining District, Eastern Cordillera of Colombia, Northern Andes. The University of British Columbia, 2014.
- [26] Amaya S., Zuluaga C.A., New fission-track age constraints on the exhumation of the central Santander Massif: Implications for the tectonic evolution of the Northern Andes, Colombia, *Lithos* 282-283 (2017) 388-402. <https://doi.org/10.1016/j.lithos.2017.03.019>.
- [27] García C.A., Ríos C.A., Occurrence and significance of the polymorphs of Al<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub> in metamorphic rocks of the Santander Massif, Eastern Cordillera (Colombian Andes), *Boletín de Geología* 26(43) (2004) 23-38.
- [28] Mantilla L.C., García C.A., Valencia V.A., Nuevas evidencias que soportan la escisión de la formación Silgará y propuesta de un nuevo marco estratigráfico para el basamento metamórfico del Macizo de Santander (Cordillera Oriental de Colombia), *Revista de la Academia Colombiana de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales* 40 (2016) 320-336. <https://doi.org/10.18257/raccefyn.303>.
- [29] García C.A., Uribe E., Caracterización Geológica Y Mineralógica Del Yacimiento La Tosca (Vetas, Santander, Colombia): Implicaciones Para El Procesamiento Mineral De Las Menas Auroargentíferas, *Boletín de Geología* 28(2) (2006) 63-76.
- [30] Spencer S., Sutherland D., Stereological correction of mineral liberation grade distributions estimated by single sectioning of particles, *Image Analysis & Stereology* 19 (2000) 175-182. <https://doi.org/10.5566/ias.v19.p175-182>.
- [31] Maizé V.Q., Estudio minerográfico y determinación microscópica del grado de liberación de los minerales sulfurados de cobre, Tesis de

Pregrado, Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa, Arequipa, Perú, 2005.

- [32] Petruk W., Chemical and metallurgical analysis for performance assessment. Evaluation and optimization of metallurgical performance. Eds. Malhotra D., Klimpel R.R. and Mular A.L.. AIME (1981)181-191.
- [33] Ojeda-Escamilla C., Romo-Rojas E., Medina-Castilleja J.F., Reyes-Bahena J.L., Caracterización mineralógica aplicada al proceso de beneficio de minerales. XXVI Convención Internacional de Minería, Veracruz, México, 2005.





# Efecto de relaves mineros, cáscaras de yuca y desechos de cáscara de arroz en el desempeño y durabilidad de los ladrillos cocidos

## *Effect of mining tailings, cassava peels, and rice husk wastes on performance and durability of fired bricks*

Mario Alberto Saucedo-Coley <sup>a</sup>; Carlos Alberto Ríos-Reyes <sup>a</sup>; German Adolfo Díaz-Ramírez <sup>a</sup>

<sup>a</sup> Universidad Industrial de Santander, Colombia; meison122@hotmail.com

<sup>a</sup> Universidad Industrial de Santander, Colombia; carios@uis.edu.co

<sup>a</sup> Universidad Industrial de Santander, Colombia; gadiazr@correo.uis.edu.co

Correspondencia: carios@uis.edu.co

Recibido: Marzo 27, 2023. Aceptado: Abril 27, 2023. Publicado: Junio 10, 2023

### Resumen

Dos de las principales actividades económicas que contribuyen a los países en desarrollo son la minería y la agricultura. En Colombia, la producción de arroz y yuca constituye una de las actividades agrícolas más importantes que genera grandes cantidades de biomasa. Por otra parte, los residuos mineros pueden ser dispuestos de forma inadecuada, constituyendo una grave amenaza para el medio ambiente, principalmente para la calidad de las aguas superficiales y subterráneas. La acumulación de estos residuos industriales no gestionados ha dado lugar a una mayor preocupación medioambiental. Los residuos agrícolas y mineros tienen una aplicación restringida a pesar de su considerable valor potencial. La valorización, el reciclaje y el uso de estos residuos industriales en el desarrollo de materiales de construcción sostenibles parecen ser una solución viable no solo para mitigar el impacto ambiental sino también una opción económica para desarrollar técnicas de construcción ecológica. El objetivo de esta investigación es evaluar el efecto de la incorporación de cáscaras de yuca, cascarilla de arroz y relaves mineros sobre las propiedades físicas y mecánicas de los ladrillos a base de desechos, y así contribuir al componente de sustentabilidad de la industria de la construcción. Las materias primas fueron analizadas por difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido para conocer su composición mineral y química. Los ladrillos a base de residuos se fabricaron con diferentes cantidades de residuos. El comportamiento mecánico de los ladrillos propuestos se evaluó mediante la resistencia a la compresión y a la flexión. La durabilidad se probó mediante ataque químico con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y NaCl en condiciones ambientales corrosivas. Los resultados obtenidos indican que la adición racional de residuos agrícolas y mineros constituye una alternativa viable para el desarrollo de nuevos materiales de construcción.

**Palabras clave:** Minería y agricultura; Desechos; Ladrillos cocidos; Materiales de construcción; Desempeño y durabilidad.

### Abstract

Two of the main economic activities that contribute to developing countries are mining and agriculture. In Colombia, the production of rice and cassava constitutes one of the most important agricultural activities that generates large amounts of biomass. On the other hand, mining wastes may be inappropriately disposed of, constituting a serious threat to the environment, mainly on surface water and groundwater quality. The accumulation of these unmanaged industrial wastes has led to increased concern for the environment. The agricultural and mining wastes have a restricted application despite they have potentially considerable value. The valuation, recycling, and use of these industrial wastes in the development of sustainable construction materials appear to be a viable solution not only to mitigate the environmental impact but also an economical option to develop green buildings technics. The aim of this research is to assess the effect of cassava peels, rice husks, and mining tailings incorporation on the physical and mechanical properties of waste-based bricks, and thus contribute to the sustainability component of the construction industry. Raw materials were analyzed by X-ray diffraction and scanning electron microscopy to determine their mineral and chemical composition. Waste-based bricks were fabricated with different quantities of waste. The mechanical performance of the proposed bricks was assessed by compressive and flexural strength. Durability was tested by means of chemical attack with H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and NaCl under corrosive environmental conditions. The results obtained indicate that the rational addition of agricultural and mining wastes constitutes a viable alternative for the development of new construction materials.

**Keywords:** Mining and agricultural; Wastes; Fired bricks; Construction materials; Performance and durability.

## 1. Introduction

Planet Earth has been affected by global warming and climate change because of the demand for natural resources, the use of fossil fuels, the agriculture, the greenhouse gases, the

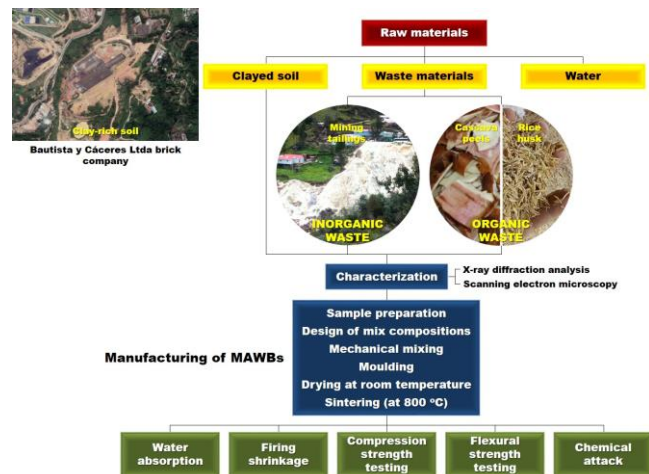
carbon dioxide emissions, the excessive consumption of energy and the uncontrolled production of organic and inorganic wastes [1-5]. The industry produces a huge quantity of solid waste, which generates significant environmental concerns in addition to occupying a large area

of land for disposal. There is interest in establishing downstream industries for recycling in order to value and reuse these solid wastes. This would incorporate them as alternative materials in the production of construction materials that are environmentally friendly, energy-efficient, and profitable, with great market potential to meet the needs of people in rural and urban areas. Organic wastes such as cassava peels (CP) and rice husks (RH) constitute biomass generated by the agriculture industry. They are lignocellulosic materials containing polymeric structures [6-7]. According to estimates from the Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO) in 2020, agroindustrial activity generated around 1.5 billion tons of solid waste annually worldwide, which cannot be sustainably returned to the environment. However, they that can be valued, recycled and used as sustainable and novelty construction materials, which appears to be an alternative solution not only to waste generation and landfill disposal but also to high cost of building materials. These materials are generally not used and are sometimes disposed of in the environment without undergoing any treatment, which generates a strong environmental impact [8-9]. Bricks are construction materials that are traditionally obtained from natural resources such as clay. However, both the irrational use of these resources as well as the uncontrolled emission of gases into the atmosphere is what ultimately contributes to the destruction of the environment. Colombia, like other developing countries, faces one of the most important challenges: the rational use of energy and the incorporation of industrial waste as raw materials in the production of construction materials. Clay-based bricks, which are the most widely used construction materials in buildings, dams, tunnels, and bridges around the world, are a prime example. Current research is interested in developing new construction materials that are environmentally friendly [10], and in recent years, the incorporation of industrial waste into brick production has been a focus of interest [11-12]. However, during the brick making process, there is a non-negligible percentage of losses due to contraction during drying, resulting in cracks, breaks, or tilting. Quality control during the drying process is one of the most critical parts of the manufacturing process. As a result, there are several methods focused on optimizing drying and reducing defects in brick production [13]. Understanding the drying process is critical in reducing cracking. Lean clays or degreasers can be added to the mixture, but preparing this type of mixture is not always easy. Additionally, adding degreaser is not always convenient because the clays may not be greasy enough to withstand the addition, or high plasticity may be required to prepare the bricks, and adding a little degreaser would considerably reduce the plasticity of the paste. Ecological bricks allow for the proper development of construction activity in harmony with environmental protection, using industrial waste, which allows for lower costs and energy use. As urban centers expand, the need for building materials such as bricks has progressively increased. The construction industry proposes the development of bricks with improved

properties. The design of bricks generally aims to obtain more homogeneous and porous materials with appropriate mechanical resistance [10], which is essential to ensure their performance and durability [14-15]. Several industrial by-products, such as paper and pulp waste [16-18], cigarette waste [19-20], steel slag [21-22], ash [23-25], rubber [26], mining waste [27], glass [28], rice husks [29-30], tea and coffee [31], or corn stalk fiber [32], have been incorporated as raw materials in the manufacture of bricks. The use of these industrial wastes can contribute to optimizing energy use and improving quality control in the manufacture of bricks. The main objective of this work is to assess the effect of incorporating cassava peels, rice husks, and mining tailings in the manufacture of waste-based bricks, and their performance and durability through mechanical testing, as well as chemical attack with  $H_2SO_4$  and  $NaCl$  under corrosive environmental conditions.

## 2. Materials and methods

Fig. 1 illustrates the workflow followed in the fabrication and testing of the MAWBs in this study. The raw materials used in the preparation of the bricks are described, in particular mining (tailings) and agricultural wastes (cassava husks and rice husks). Moreover, it describes the raw material characterization techniques and the protocol followed during the manufacture of the MAWBs.

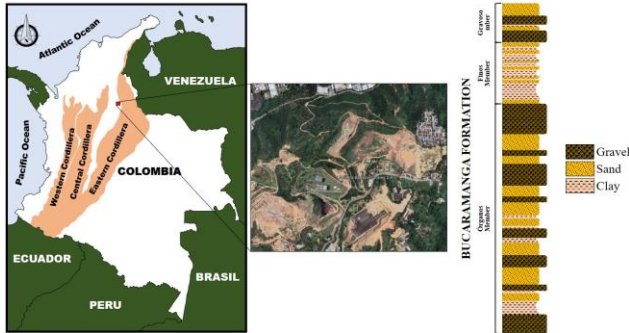


**Figure 1.** Workflow followed for manufacturing and testing of MAWBs. Source: Authors.

### 2.1 Raw materials

The materials used for the manufacture of mining and agricultural waste-based bricks (MAWBs) consisted of raw clay-rich soil, gold mining and agricultural (cassava and rice husks) wastes. The raw clay-rich soil used in this study was extracted from the Finos Member of the Bucaramanga Formation and was supplied by the Bautista y Cáceres Ltda brick company, which is located in Girón town, Santander (Colombia) as shown in Fig. 2. The gold mining tailings were supplied by the mineral beneficiation laboratory of the

Universidad Industrial de Santander, which is the leading public higher education institution in Santander (Colombia). The cassava peels were obtained from a stall in a local market place. The rice husks were supplied by LA GRANJA rice industry, located in the city of Bucaramanga, Santander (Colombia). The use of these industrial wastes should be promoted as an appropriate and alternative low cost but high-quality building technology.



**Figure 2.** Left, geographical location of the Bautista y Cáceres Ltda brick company. Right, generalized stratigraphic column of the Bucaramanga Formation. Source: Authors.

## 2.2 Characterization of raw materials

For the qualitative determination of main crystalline phases present in the clay-rich material, a powder X-ray diffractometer (PhilipsPW1710) was used, which was operated in Bragg-Brentano geometry with Cu-K $\alpha$  radiation ( $k = 1.5406 \text{ \AA}$ ) at 40 kV and 40 mA, and secondary monochromatization. Data were collected in the  $2\theta$  range of  $2\text{-}70^\circ$  with scanning steps of  $0.02^\circ$ . Crystalline patterns were compared with standard line patterns from the powder diffraction file database provided by the International Centre for Diffraction Data (ICDD) and the Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) files for inorganic compounds. The morphology of the agricultural residues was examined by environmental scanning electron microscopy (ESEM) (FEI Quanta 650) under the following analytical conditions: magnification = 200x, WD = 10.3-10.5, HV = 10.0-30.0 kV, HFW = 1.49 mm, Z Cont or SE mode, BSED or LFD detector.

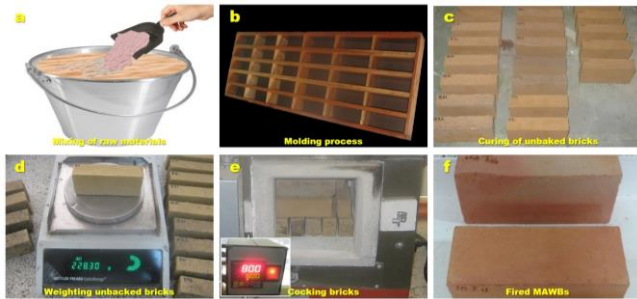
## 2.3 Manufacturing of MAWBs

The preparation of bricks by adding mining and agroindustrial waste is not inherently new, as it has been the subject of research and development in the construction materials industry for several decades. However, the specific way in which the bricks are prepared and the combination of waste used may be novel and may offer specific advantages in terms of mechanical properties, durability, and sustainability. Furthermore, the application of this technology in different regions or contexts may be novel and valuable in addressing specific challenges related to waste management and sustainable construction. The raw materials

underwent several pretreatment steps such as spreading, drying, crushing, and screening to improve, homogenize, and clean them for sample preparation and characterization. The agricultural residues, which included cassava peels and rice husks, were sun-dried for 24 hours and then ground using a conventional mill typically used for grinding corn. The clay was spread out on cardboard and tamped with a geological hammer to break up the lumps that formed due to weathering and humidity. The mining waste was already crushed. The raw materials were then screened using a Ro-Tap sieving machine with a series of 20, 30, 60, 80, and 100 mesh screens. For the clay-rich material, the particles remaining on the #100 mesh sieve were collected, while for the mining residues, the particles were collected on the #60 mesh sieve, to ensure that the inorganic residues had a larger particle size than the clay-rich material. The size difference in the aggregates aimed to create porosity and reduce the final weight of the brick. Fig. 3 illustrates the process of preparing the MAWBs. A homogeneous mixture of clay, water, cassava, and rice husk fillers was created (Fig. 3a). The quantities were controlled to avoid any cracks or defects during the air-drying process. For the experimental campaign, six samples of each mixture were prepared, and the blocks were made in molds (Fig. 3b) that could produce thirty bricks at a time. The bricks were  $11.0 \times 5.0 \times 2.5 \text{ cm}$  and scaled down to 1:3 of the measurements of conventional “temosa” bricks ( $33 \times 15 \times 7.5 \text{ cm}$ ). In brick preparation, the size or quantity of bricks to be prepared at once may be conditioned by various factors, such as the size and capacity of the machinery used, the space available for manufacturing, and the time available for drying and curing the bricks. Logistic and production efficiency considerations may also be considered to determine the optimal quantity of bricks to be prepared in a batch or manufacturing session. The manufacturing of MAWBs followed the ASTM C62-17 [37] standard. The wastes were added to the conventional clay bricks in proportions of 5%, 10%, and 15% (wt/wt) to evaluate their influence on the compressive mechanical properties of the bricks. An additional mixing was carried out using equal amounts of the three types of residues proposed in the study, i.e., 5% of each type of residue for a total of 15% addition. The mixture proportions were based on the dry weights of the ingredients. The percentage of water used for brick manufacture was 20%, as recommended by Robuste [33]. The bricks were compacted manually, and five nominally identical samples of each mix were tested for mechanical properties and durability. Control mixtures without solid residues were also prepared. The mixtures were placed in molds and left for two days before being demolded to maintain their integrity. The shrinkage of the manufactured bricks was monitored for eight days. Air drying was carried out in a controlled environment to avoid the appearance of cracks, and the samples were spray-dried every 12 hours for eight days (Fig. 3c). The dimensions of the MAWBs were taken before and after the drying process. To remove excess moisture, the bricks were dried further before being fired. They were first weighed (Fig. 3d) and then placed in a



HERAEUS kiln at 800°C for 2 hours (Fig. 3e). The resultant MAWBs (Fig. 3f) were cooled to room temperature and measured and weighed again. During the preparation of laboratory bricks, the controls were performed by measuring and adjusting the moisture content, plasticity, and particle size distribution of the clay matrix used in the mixtures. The dimensions and weight of the molds and the resulting bricks were also checked. The error in the tests may vary depending on the specific testing method used, but in general, it is expected to be relatively low due to the controlled environment and careful measurement and adjustment of the materials.



**Figure 3.** Procedure for manufacture of reference and mining and agricultural-based bricks. Source: Authors.

The proportions of the mixtures used for the reference bricks and the mining- and agricultural-based bricks in the present study are shown in Table 1. The MAWBs were assigned designations: RB (reference brick) for the bricks without solid residues, and MAWxB for the blends, where MAW and x indicate the type of residue incorporated (MTW for mine tailings residue, CPW for cassava husk residue, and RHW for rice husk residue) and its percentage content in the clay matrix, respectively.

**Table 1.** Design of mixes for manufacture and testing of reference and mining and agricultural-based bricks. Source: Authors.

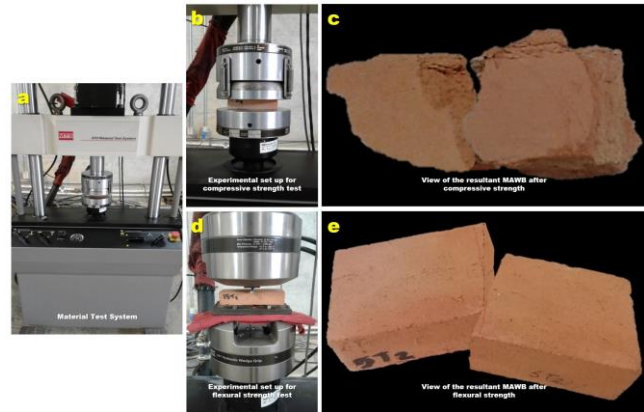
Trial (I)	Mix code	Mix proportions (%)			Water absorption				Firing shrinkage			
		CRM	MTW	CPW	RHW	H <sub>2</sub> O	W <sub>w</sub> (g)	W <sub>d</sub> (g)	WA (%)	L <sub>w</sub>	L <sub>f</sub>	FS
T1	RB	80	0	0	0	20	216.90	202.48	7.12	10.42	10.25	1.60
T2	RHWSB	75	5	0	0	20	206.98	182.88	13.18	10.48	10.28	1.91
T3	RHW10B	70	10	0	0	20	206.57	171.80	20.24	10.43	10.32	1.12
T4	RHW15B	65	15	0	0	20	179.61	138.50	29.68	10.43	10.30	1.28
T5	CPWSB	75	0	5	0	20	213.07	188.73	12.90	10.50	10.37	1.27
T6	CPW10B	70	0	10	0	20	199.49	165.00	20.90	10.32	10.30	0.16
T7	CPW15B	65	0	15	0	20	166.68	128.72	29.49	10.27	10.17	0.97
T8	MTWSB	75	0	0	5	20	219.27	206.28	6.29	---	---	---
T9	MTW10B	70	0	0	10	20	218.41	209.98	5.52	---	---	---
T10	MTW15B	65	0	0	15	20	228.22	209.62	8.87	---	---	---
T11	TMWSB	75	1.67	1.67	1.67	20	211.38	188.50	12.14	---	---	---
T12	TMW10B	70	3.33	3.33	3.33	20	199.93	173.92	14.95	---	---	---
T13	TMW15B	65	5.00	5.00	5.00	20	188.12	157.49	19.45	---	---	---

RB, reference brick; CRM, clay-rich soil; RHW, rice husk waste; CPW, cassava peels waste; MTW, mining tailing waste; 5, 10 and 15 indicates the dose of waste in bricks (B); WA, % water absorption; W<sub>w</sub>, weights of wet bricks; W<sub>d</sub>, weights of dried bricks; FS, firing shrinkage; L<sub>w</sub>, bricks before firing; L<sub>f</sub>, bricks after the firing.

### 2.4 Testing of MAWBs

The MAWBs were tested for compressive strength, flexural strength and chemical attack under corrosive conditions (Fig. 4). The tests were performed according to ASTM standards. The test was repeated 6 times for each type of specimen for proper data processing. A total of 78 MAWB were manufactured. The mechanical tests were performed according to ASTM C67-11 [34] standard. A universal

testing machine (MTS 810), Fig. 4a, with a maximum load cell of 50 kN was used in the testing procedure.



**Figure 4.** (a) Universal Testing Machine. (b) Experimental set up for compressive strength test. (c) View of the resultant MAWB after compressive strength testing. (d) Experimental set up for flexural strength test. (e) View of the resultant MAWB after flexural strength testing. Source: Authors.

The compressive strength test was performed in accordance with ASTM D 2166-00e1 [35] standard, using a speed of 0.5 mm/min. Two leveled steel plates of the same dimensions (100.0 x 40.0 x 5.0 mm) were used to set up the test (Fig 4b). The test was carried out until the specimens were brought to failure (Fig. 4c). The three-point bending strength test was performed under ASTM D 1635-00 [36] standard. A support spacing of 90 mm and a speed rate of 0.2 mm/min were used. Both the supports and the loading point consisted of steel cylinders of 5 mm diameter and 100 mm length (Fig. 4d). The equipment records the maximum load at the moment when the first crack occurs in the respective specimen, which triggers the rupture of the material (Fig. 4e). The flexural strength calculations were performed according to Eq. (1):

$$(1) R_F = \frac{3Pa}{2bd^2}$$

Where  $R_F$  is the ultimate flexural strength (MPa),  $P$  is the applied load (N),  $a$  is the support span (mm),  $b$  and  $d$  are the specimen width and thickness (mm) respectively.

Water absorption was determined according to ASTM C62-17 [37] standard by analyzing the difference in mass of fired bricks before and after the firing process. The percentage of water absorption of the bricks was obtained by applying Eq. (2):

$$(2) WA = \frac{W_w - W_d}{W_d} \times 100\%$$

Where WA represents the percentage of water absorption and  $W_w$  and  $W_d$  the weights of the wet and dried bricks, respectively.

Firing shrinkage, according to the ASTM C326 [38] standard, was obtained by measuring the length of the bricks before ( $L_w$ ) and after the firing ( $L_f$ ). The percentage of firing shrinkage was calculated from Eq. (3).

$$(3) FS = \frac{L_w - L_f}{L_w} \times 100\%$$

MAWBs with the best performance in the mechanical tests (compression and flexural) were selected for testing their resistance in 0.25 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and 0.25M NaCl solutions for 7 days, simulating corrosive environmental conditions. The weights and measurements of each of the MAWBs were taken.

### 3. Results and discussion

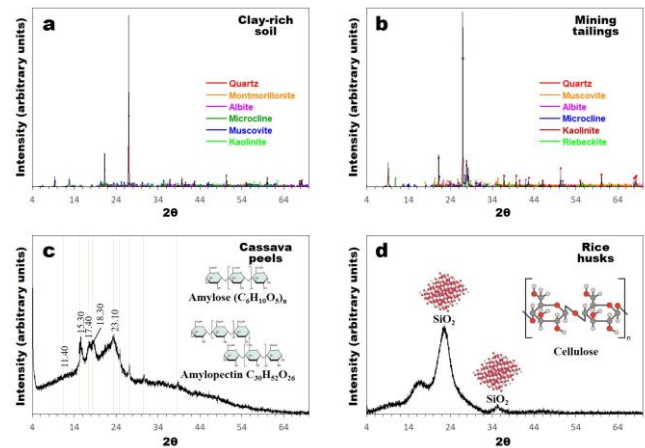
#### 3.1 X-ray diffraction analysis

The clay-rich material (Fig. 5a) used in the manufacture of bricks consists of quartz, potassium feldspar (microcline), sodium calcium feldspar (calcium albite), clay minerals corresponding to the group of phyllosilicates (kaolinite, muscovite, montmorillonite). The main minerals identified in the mining waste (Fig. 5b) were quartz, potassium feldspar (microcline), sodium calcium feldspar (calcium albite), clay minerals corresponding phyllosilicates group (kaolinite, muscovite, amphibole (riebeckite), compositionally, the mining residue is very similar to the clay sample analyzed. The XRD pattern of cassava peel (Fig. 5c) shows a broad region between 10° and 27° with major diffraction peaks at 11.40°, 15.30°, 17.40°, 18.30° and 23.10°. It reveals that this organic waste is a semi-crystalline material [39], consisting of amorphous amylose (a linear polymer) and semi-crystalline amylopectin (a branched polymer) [40]. A similar XRD pattern on cassava peels was obtained by several authors [39,41-43]. At an industrial level, the properties of the cassava peel give rise to several uses, such as the production of ethanol, adhesive, gelling agent, binder, stabilizer, etc [44-46]. The XRD pattern of rice husk is shown in Fig. 5d, revealing an amorphous structure and a crystalline peak found around 2θ of 22.25° that confirms the presence of cellulose. The major reflection or peaks of SiO<sub>2</sub> are observed at 2θ of 22.25 and 35.00°, which were comparable with other reports [47-48]. Several rice husk by-products such as polymeric composite resins and polymeric lumber, cement-based materials or ceramic membranes can be developed [49-52].

#### 3.2 Morphology

In the micrographs, different particle sizes can be observed in the clay-rich material (Fig. 6a), with angular to rounded morphologies whose composition is also diverse. In Fig. 6b, the micrograph of the mining waste shows particles of different morphologies, including elongated tabular, angular edges, conchoid fracture, sub-rounded particles, and a porous structure. Some particles also exhibit dissemination of spots of metallic clusters. Meanwhile, other particles have very irregular shapes and fractures. On the other hand, Fig. 6c illustrates the surface morphology of cassava peel, which has

been confirmed to have heterogeneous characteristics and complex nature. It appears to be composed of several smooth to globular-shaped starch granules, similar to those found in other studies [53-54]. In Fig.6d, the micrograph of the rice husk shows that the exocarp presents a symmetrical corrugated structure with protuberances in the form of convex cells or bubbles, resembling a tortoise shell. The grooves across the grain of the rice separate these protuberances, and they are oriented in the parallel direction along the grain. Meanwhile, the internal face, called the endocarp, is composed of a concave surface with layers of a lamella structure that serve as a substrate for the rice grain. Several other studies report similar morphologies of rice husk [55-58].



**Figure 5.** XRD patterns of the starting raw materials: (a) clay-rich soil, (b) mining tailings, (c) cassava peels and (d) rice husks. Source: Authors.

Fig. 7 illustrates a SEM image and EDS spectra of the starting clay-rich soil. There are a large number of clay materials, making their classification complex. In general terms, clay is defined as a hydrated aluminum silicate, within which three major groups, such as kaolins, are recognized. Some authors consider them primary clays because they do not have impurities, except for a few that come from the mother rock, montmorillonite, which has Mg, Ca, or Fe ions in its structure, and smectite, which may have a more variable composition, but in most cases are K impurities, as is the case of bentonite.

Fig. 8 illustrates a SE image and EDS spectra of the starting mining tailings. The EDS spectrum shows the high content of Si associated to aluminumsilicate minerals (quartz and feldspar), with K being more abundant than Na. Microscopic analysis reveals the presence of sulfides, particularly pyrite, which is a mineral often associated with gold, particularly in veins through which hydrothermal fluids rich in Fe and S can circulate. Additionally, metallic elements including Mg, Mn, and Ti have been identified in association with gold, typically forming oxides that are commonly found as accessory materials or linked to the structure of silicates and carbonates.



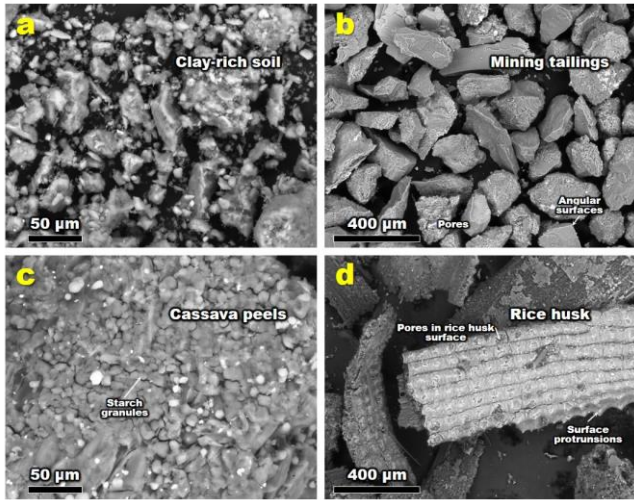


Figure 6. Secondary electron (SE) images of the raw materials used in the manufacture of bricks. Source: Authors.

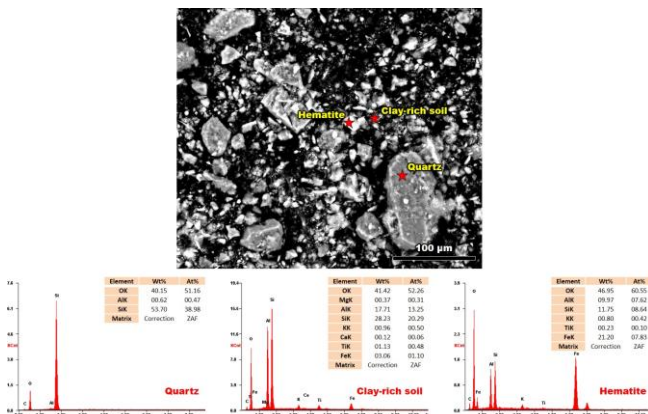


Figure 7. SE image and EDS spectra of the starting clay-rich soil. Source: Authors.

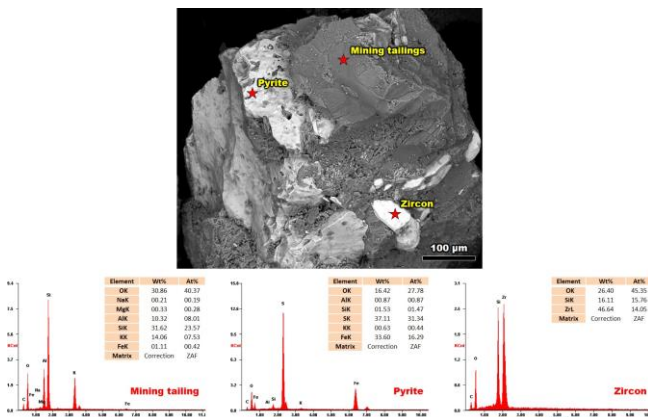


Figure 8. SE image and EDS spectra of the starting mining tailings. Source: Authors.

Fig. 9 displays a SEM image and EDS spectra of cassava peels. The EDS spectrum confirms their organic origin, as evidenced by the prominent C (42.30 wt%) and O (38.95 wt%) peaks. Other elements such as Al, Si, Mg, Fe, and K are present in the soil where the tuber grows, and they adhere

to the peel where they are absorbed by the plant as nutrients. These findings align with previous studies on cassava peels [53-54, 59-60]. Additionally, elements like Ca and Cl are present as dissolved ions of salts, generated as a result of rainwater leaching or irrigation after urea with CaCl application. According to Othman and Mohd-Asharuddin [59], the characteristic signals of Na, Ca, and Si can be attributed to their metal-binding properties. However, the analyzed cassava peels do not contain Na. The EDS spectra also reveal the occurrence of aluminum silicates, barium sulfates, and calcium phosphates. As reported by Benesi [61], starch granules in cassava peels contain 80% amylopectin and 20% amylose.

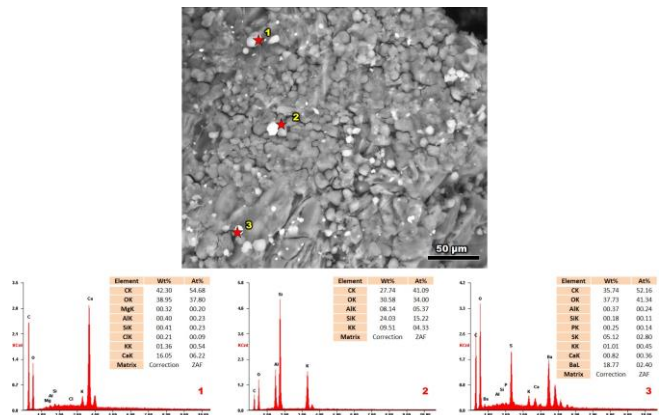


Figure 9. SE image and EDS spectra of the starting cassava peels. 1, organic C and O + Al, Si, Mg, Fe, and K introduced by soil; 2, aluminum silicate from soil; 3, aluminum silicate + barium sulfate + calcium phosphate from soil. Source: Authors.

Fig. 10 shows a SE image and EDS spectra of the initial rice husk. The EDS spectra reveal that the Si content in the outer epidermis (exocarp) of rice husk (42.92%) is higher than in the inner epidermis (endocarp) of rice husk (8.81%). Furthermore, trace amounts of other elements were detected. According to Deshmukh et al. [62], most of the Si occurs in the exocarp cells, particularly concentrated in the dome-shaped protrusions. Si is distributed in a greater proportion in the exocarp, an area that is mostly composed of inorganic material, which is consistent with the protective function of Si for the rice grain. The rice husk is also characterized by prominent C (14.11-52.18 wt%) and O (42.97-37.01 wt%) peaks, although the C content is higher in the endocarp, whereas the O content is higher in the exocarp. Therefore, the endocarp contains more organic material than the exocarp, which reveals the function of this structure as a substrate for the organic part of the rice grain. In the endocarp, aggregates containing impurities are present, with the following elements found in higher to lower proportions: K, Ca, P, S, Al, and Cl. These elements are attached to the internal structure, do not have a regular shape, and are scattered throughout the endocarp in percentages of less than 1%. Similar results have been obtained by several authors [48,63-64].



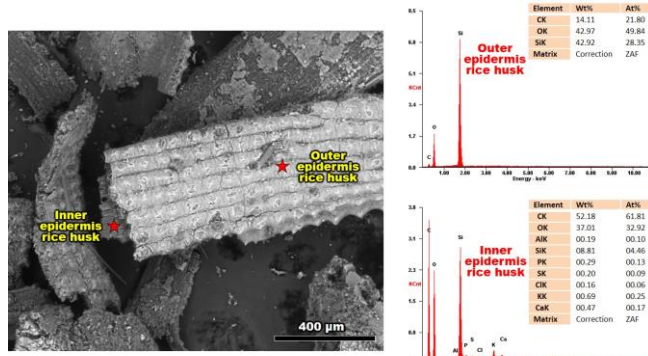


Figure 10. SE image and EDS spectra of the starting rice husk. Source: Authors.

### 3.3 Experimental tests of the MAWBs.

There were no significant dimensional alterations observed in any of the MAWBs, although their volume increased. Moreover, no defects, such as cracks or swelling, were observed after firing. Previous studies [65-66] have reported a texture characterized by the presence of black nuclei, attributed to burned organic matter that was not completely combusted during firing. However, in our study, we did not observe such nuclei in the fired bricks. In general, MAWBs have a reddish color similar to that of conventional bricks, without industrial residues. However, the color becomes lighter with the increase in the dose of residues. Table 2 presents the main physical and mechanical properties of MAWBs. The incorporation of industrial residues resulted in a slight expansion of the MAWBs at 900 oC during firing, which is a characteristic behavior of porous bodies. This can be attributed to the high content of quartz present in the clay, which is inert at the referred temperature, promoting both the reduction of brick shrinkage and the increase in its porosity

due to the high content of organic matter in the industrial waste. All MAWBs showed a contraction at this temperature. The weight loss experienced by the bricks increased with respect to the industrial waste content at 900 oC for all types of wastes. This weight loss, as well as the increase in porosity, is attributed to the combustion of organic matter in the clay during the firing process. On the other hand, the removal of water content from clay minerals is a result of dehydroxylation reactions in the clay [31]. According to Romero et al. [67], it is evident that the open porosity in MAWBs decreases when the amount of liquid phase tends to get closer to the particles. Furthermore, the porosity of MAWBs decreases with temperature. However, the addition of sawdust to the mixture produced greater changes in porosity compared to the mixtures in which cocoa husks, rice husks, and sugar cane were added, which produced smaller differences in apparent porosity. Eliche-Quesada et al. [31] have obtained similar results. There is no doubt that the addition of agricultural residues increases the porosity of the MAWBs. However, the combustion of organic matter takes place through a different mechanism in the formation of interconnected surface porosity [31]. The combustion of organic matter is a process in which organic compounds are oxidized and converted into carbon dioxide, water, and other combustion products. This process generates heat and can occur through different mechanisms, depending on the conditions under which it takes place. On the other hand, the formation of interconnected porosity in a brick is related to the elimination of water and other volatiles during its firing. This process involves the evaporation of water and other organic compounds present in the clay used to make the brick, which generates a porous structure that allows air and water vapor circulation through it.

Table 2. Average results from experimental tests of the MAWBs. Source: Authors.

Trial (T)	Mix code	Compressive strength				Flexural strength				
		P (kg)	Area (cm <sup>2</sup> )	Stress (MPa)	Strain (mm/mm)	P (kg)	L (cm)	b (cm)	h (cm)	MR (MPa)
T1	RB	1673.028	45.86	36.482	0.020	30.532	5.13	10.13	2.47	3.808
T2	RKW5B	1592.929	47.38	26.235	0.021	46.049	5.27	10.27	2.47	5.822
T3	RHW10B	1317.779	47.38	27.813	0.019	33.223	5.27	10.27	2.40	4.456
T4	RHW15B	1238.506	47.22	26.235	0.016	24.849	5.33	10.33	2.40	3.380
T5	CPW5B	1199.665	50.37	23.810	0.024	125.234	5.37	10.37	2.37	17.450
T6	CPW10B	864.179	48.91	17.667	0.017	73.938	5.43	10.43	2.33	10.620
T7	CPW15B	457.475	47.75	9.577	0.020	29.104	5.23	10.23	2.27	4.350
T8	MTW5B	1055.590	46.60	22.642	0.015	121.213	5.40	10.40	2.40	16.495
T9	MTW10B	764.318	47.45	16.103	0.014	93.852	5.53	10.53	2.47	12.153
T10	MTW15B	340.677	47.10	7.235	0.018	55.960	5.50	10.50	2.40	7.674
T11	TMW5B	1107.921	47.49	23.343	0.016	61.984	5.33	10.33	2.40	8.452
T12	TMW10B	948.183	47.10	20.134	0.011	38.575	5.33	10.33	2.37	5.364
T13	TMW15B	561.068	47.45	11.354	0.028	26.761	5.13	10.13	2.30	3.844

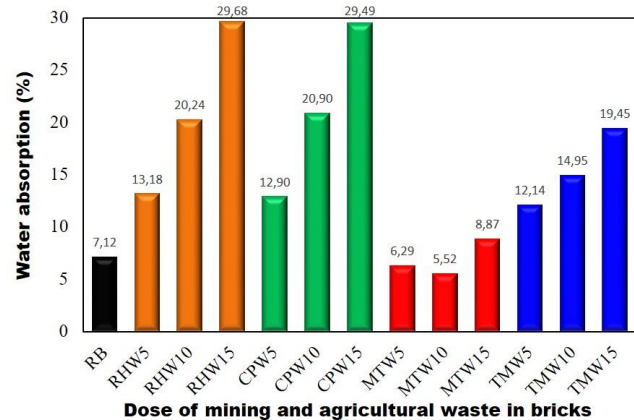
RB, reference brick; RHW, rice husk waste, CPW, cassava peels waste; MTW, mining tailing waste; 5, 10 and 15 indicates the dose of waste in bricks (B); P, load; L, b and h parameters for flexural strength test; MR, modulus of rupture.

It is important to note that the combustion of organic matter and the formation of interconnected porosity in a brick are different processes that occur under different conditions. Although both processes may involve the elimination of organic compounds and the release of gases, the way in which they occur is different and not directly related. Regarding the green brick model being tested, it is important to consider that interconnected porosity is an essential characteristic for the performance of the brick in terms of thermal insulation, water absorption, and mechanical strength. Therefore, it is necessary to ensure that porosity is properly formed during the firing of the brick and that it is not affected by other processes, such as the combustion of organic matter, which could alter the final properties of the brick.

### 3.3.1 Water absorption of the MAWBs

The percentage of absorbed water represents one of the main factors that control the behavior of MAWBs, as the clays, according to their physicochemical properties, are susceptible to swelling, affecting the performance and durability of constructions materials as bricks. In this way, the bricks must have an internal structure dense enough to limit the absorption of water, which is why the mining tailings was used, however, only the effect of the addition of organic wastes as cassava peels and rice husk was evaluated, considering that even though they contribute to lightening of the brick, they can also favor the water infiltration. Table 1 illustrates the water absorption data of the MAWBs. Fig. 11 reveals that the RBs, without addition of mining tailings or cassava peels and rice husk, showed the lower water absorption rate of 7.12 % while organic waste-based bricks showed higher water absorption rates (13.18-29.68% for RHW-based bricks and 12.90-29.49% for CPW-based bricks). In general, these ranges of water absorption showed very similar values independent of the organic residue incorporated in the structure of the bricks. In each case, the water absorption increased with increasing dose of cassava peels and rice husk added to the mixture. The increase in water absorption of the organic waste-based bricks shows that as the liquid phase in the paste decreases at a specific high firing temperature, there is an increase in the pore volume of the particles in the bricks [68]. MTW-based bricks showed lower water absorption rates (5.52-8.87%) than those obtained in organic waste-based bricks. The lowest water absorption value (5.52%) was obtained using 10 wt% of mining tailings. The TMW-based bricks showed water absorption rates (12.14-19.45%) higher and lower than those obtained for the reference and mining- and agricultural-based bricks, which demonstrates that the addition of the mining tailings in the mixes promoted a decrease of the water absorption, whereas the addition of cassava peel or rice husk wastes contributes to increase it. These organic wastes are capable of forming pores within the brick structures during firing due to the decomposition and dehydration of its organic part, resulting in lightened bricks [31,68-69]. As a

consequence of temperature changes associated with environmental phenomena, the demand for organic waste-based bricks with better insulation or low thermal transfer has increased [69]. Based on the results presented in this study, it seems that incorporating agricultural wastes such as cassava peels and rice husks into clay-based bricks could be a more suitable option for producing bricks with better insulation or low heat transfer. The addition of these agricultural wastes induced porosity during the firing process, which allowed for lightening of the units and potentially reducing construction costs. Furthermore, these agricultural wastes did not significantly reduce the mechanical resistance of the bricks, and the resulting compressive strength values were within the admissible limits set by Colombian regulations for specific building materials used in civil construction. On the other hand, incorporating mining tailings as aggregates did not result in significant lightening, and the mechanical resistance of the samples was reduced with the addition of this waste. Therefore, it is not recommended to use mining tailings as aggregates for manufacturing bricks. Overall, it seems that using agricultural wastes such as cassava peels and rice husks would be the most suitable option for supplying the demand for organic waste-based bricks with better insulation or low heat transfer. However, it is important to note that further research may be necessary to determine the most optimal dosage of these wastes to achieve the desired properties in the bricks.



**Figure 11.** Results of water absorption. RB, reference bricks; RHW, rice husk waste; CPW, cassava peels waste; MTW, mining tailings waste; TMW, total mix waste. Source: Authors.

### 3.3.2 Firing shrinkage of the MAWBs

Clay dehydration is a crucial factor that influences firing shrinkage. Akinyele et al. [68] reported that during the firing process of clays at high temperatures, the particles fuse together, resulting in increased firing shrinkage due to their greater proximity. It is essential to consider this parameter to prevent problems such as cracks. Generally, it is well-known that all clays shrink during firing, and the amount of shrinkage depends on the type of clay and the firing temperature. For this study, we used the same type of clay to

make all the bricks and calibrated the furnace to minimize variations and ensure equal heat distribution. The results of the firing shrinkage of the MAWBs are presented in Table 1. Based on the results presented in Fig. 12, it can be concluded that the effect of the dose of organic waste on firing shrinkage is not consistent. The firing shrinkage decreased with increasing organic waste dose, although the lowest values were obtained by adding 10 wt% of organic waste. This could be due to the lack of homogenization of the mixture used for the preparation of bricks using this dose. Additionally, it was observed that the addition of RHW produced higher values of firing shrinkage compared with those obtained after adding CPW, indicating that RHW has a greater influence on firing shrinkage than CPW. Finally, it can be noted that the highest firing shrinkage (1.91%) was obtained by adding 5 wt% of RHW, while the lowest firing shrinkage (0.16%) was obtained when 10 wt% of CPW was added. These results suggest that the optimal dose of organic waste for minimizing firing shrinkage in the production of clay bricks depends on the specific type of waste being used, and that higher doses may not necessarily result in better outcomes. Therefore, it is advisable to check the length of the bricks as they are removed from the kiln and sorted. The variation in dimensions should be kept within certain limits and if they do not conform, the bricks should not be sold as first quality. The quality control of the bricks requires that they have a firing shrinkage of less than 8% to have a good performance [70]. The organic waste-based bricks showed firing shrinkage values of 0.97-1.27%, which are within the safety limits indicated in the ASTM C326 standard. [38]. The limits of firing shrinkage depend on the type of brick and the regulations of the country or region where they are manufactured. The dilatometry method is commonly used to measure firing shrinkage in laboratory tests, which involves measuring the dimensional variation of a brick sample before and after being subjected to high temperatures in a furnace. The difference between the dimensions before and after firing is expressed as a percentage of firing shrinkage.

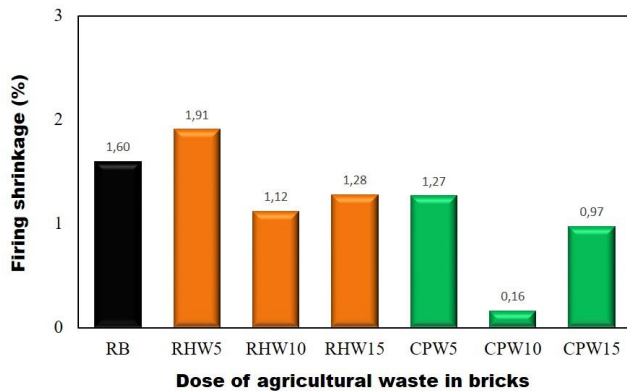


Figure 12. Results of firing Shrinkage. RB, reference bricks; RHW, rice husk waste; CPW, cassava peels waste. Source: Authors.

### 3.3.3 Compressive strength of the MAWBs

Compressive strength is a crucial parameter for quality control in building material applications [22]. Fig. 13 displays the average compressive strength of reference and waste-based bricks, and the results are presented in Table 2. Experimental data demonstrate that the RBs have a higher compressive strength than the MAWBs. Therefore, compressive strength tends to decrease with waste addition and as the dosage of waste increases. All MAWBs exhibited a linear decrease in resistance that is inversely proportional to the amount of residue added. In other words, the higher the addition percentage, the lower the compressive strength. Mining tailing waste-based bricks showed the highest values, with a higher compressive strength of 33.62 MPa using a dosage of 5 wt%, whereas rice husk waste-based bricks showed the lowest values, with a lower compressive strength of 7.24 MPa using a dosage of 15 wt% cassava peels. The presence of oil in agricultural waste can enhance compressive strength, as suggested by Eliche-Quesada et al. [31]. They suggest that oily films form between the particles, which act as lubricants during the mixture preparation and allow for more efficient packing, leading to an improvement in the mechanical properties of the MAWBs. However, a higher percentage of agricultural waste (10 and 15 wt%) can generate oil pockets that promote the generation of pores after firing and contribute to a decrease in compressive strength [71].

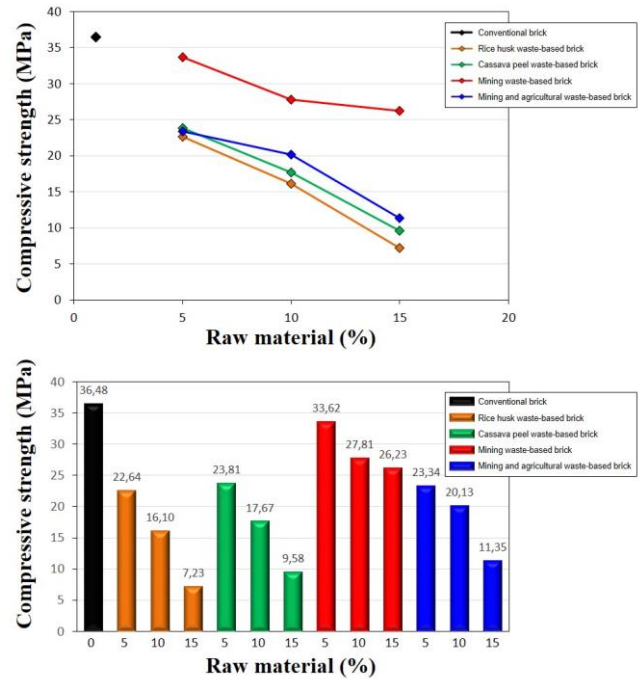


Figure 13. Average compressive strength for all MAWBs. Source: Authors.

According to the NTC 4017 [72] standard, which is equivalent to the ASTM C67-11 [34] standard, the minimum compressive strength required in a brick is 10 MPa for one unit and 14 MPa for five bricks. Most of the MAWBs meet the technical specifications for compressive strength, except for MAWB6 (9.58 MPa) and MAWB9 (7.24 MPa), which



add 15 wt% cassava peels and rice husk aggregate, respectively, and MAWB12 (11.35 MPa), which adds 5 wt% of each waste to the mix. The highest compressive strength was obtained for the RBs (36.48 MPa). However, the RBs should present the lowest apparent porosity and water absorption, as suggested by Görhan and Şimşek [13].

We conclude that additions of 15%, with the exception of mining tailings, are not favorable, and it is not recommended to replace the traditional paste in this percentage or higher. Additions of 5 and 10% of residues promote a decrease in compressive strength compared to that of the bricks in which the use of these residues was not incorporated, although they presented values within the admissible ranges. In addition, it could be also concluded that the addition of agricultural and mining waste can be a viable alternative for brick manufacturing, as most of the bricks meet the required technical specifications in terms of compressive strength. However, the amount and type of waste added can affect the compressive strength and apparent porosity of the bricks. Therefore, care should be taken when selecting and adding waste to the brick mix to avoid a significant decrease in the quality of the bricks. Additionally, the use of vegetable oils in the preparation of the brick mix as a lubricant to improve the mechanical strength of the bricks could be explored.

### 3.3.4 Flexural strength of the MAWBs

Fig. 14 illustrates the average modulus of rupture (*MR*) of the MAWBs with respect to the waste content. The experimental test results of the MAWBs are summarized in Table 2.

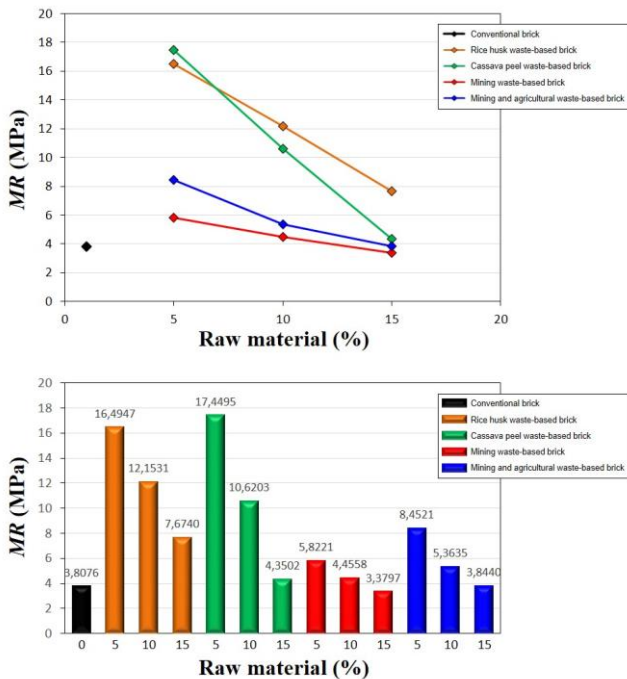


Figure 14. Average MR for all MAWBs. Source: Authors.

It can be observed that the *MR* tends to decrease with an increase in waste addition and dosage. The agricultural waste-based bricks demonstrated higher *MR* values (17.45 MPa for cassava peel waste-bricks and 16.50 MPa for rice husk waste-bricks) using a 5 wt% dosage. However, with an increase in waste dosage (10 and 15%), the rice husk waste-based bricks demonstrated higher *MR* values compared to cassava peel waste-based bricks. Conversely, mining tailing-based bricks demonstrated lower *MR* values, with a *MR* of 3.38 MPa using a 15 wt% dosage. In general, the MAWBs with organic content presented higher *MR* values. Furthermore, previous studies [73-74] have shown that the flexural strength is about 10 to 30% of the compressive strength, which establishes a minimum flexural strength interval of 1.0-1.4 MPa. Therefore, all MAWBs meet the minimum flexural strength target. These results suggest that the addition of agricultural and mining residues can be a viable alternative for brick manufacturing. However, the type and amount of waste added can significantly affect the *MR* and other mechanical properties of the bricks, which should be taken into consideration while selecting and adding waste to the brick mix.

### 3.3.5 Resistance of MAWBs to attack with H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and NaCl

During immersion of MAWBs in acidic or saline environments (Fig. 15), the release of air from the pores of the test bricks resulted in the production of bubbles, rather than effervescence generated by dissolution of the bricks themselves. The test bricks that were attacked by the solution showed an increase in weight, indicating that a quantity of the solution penetrated into the bricks and remained in the pore space. However, no white spots or pitting, which are characteristic of efflorescence, were observed on the surface of the test bricks immersed in the solutions. The absence of efflorescence is promising for the use of MAWBs in construction, as it is a common problem in brick production. However, the test bricks immersed in the 0.25M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> solution showed notable darkening and surface spots after 24 hours of removal, as evidenced in the image taken after 15 days. This indicates that the acidic environment could have a negative impact on the durability of the bricks. On the other hand, the test bricks immersed in the 0.25M NaCl solutions did not show any noticeable changes or affects. Based on these results, it can be concluded that the MAWBs have a good resistance to acidic and saline environments. However, it is important to note that prolonged exposure to acidic environments can lead to darkening and surface spots on the bricks, which could affect their appearance. It is also worth noting that the use of waste materials in the production of MAWBs can contribute to reducing the environmental impact of the brick manufacturing industry. Additionally, further research could be conducted to investigate the long-term durability of these bricks in different environmental conditions, as well as the potential for optimizing the composition of the bricks to further improve their resistance to wear and tear.

In addition to the structural benefits, the use of agricultural wastes as additives in clay bricks can also have significant environmental benefits. Agricultural wastes, such as cassava husks and rice husks, are abundant in many parts of the world and are often discarded as waste. By incorporating these materials into clay bricks, they can be reused and recycled, reducing the amount of waste that is sent to landfills and potentially reducing the need for virgin raw materials. Furthermore, the creation of air-filled pores in the microstructure of the bricks during the firing process, as a result of the use of agricultural wastes, has beneficial effects as thermal insulating materials.

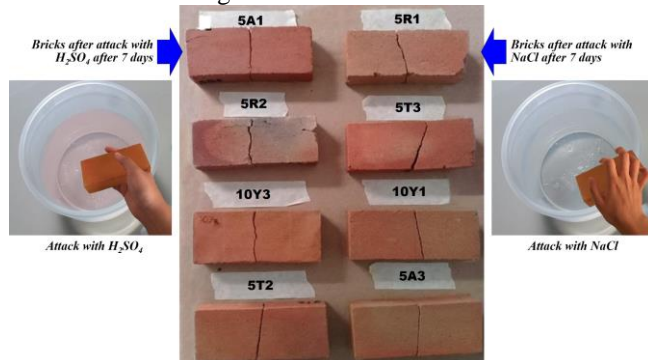


Figure 15.  $H_2SO_4$  and  $NaCl$  attack of the MAWBs. Source: Authors.

These air-filled pores act as insulators, reducing the amount of heat that is transferred through the bricks, which can lead to improved energy efficiency in buildings. This is particularly important in regions with extreme temperatures, where thermal insulation can help to reduce energy consumption and associated greenhouse gas emissions. Overall, the use of agricultural wastes as additives in clay bricks can have significant economic, environmental, and social benefits. The findings of this study contribute to the development of sustainable construction materials and provide a potential solution for the reuse of industrial wastes that are causing negative environmental impacts.

## 5. Conclusions

The present study evaluated the use of mining tailings and agricultural wastes (cassava husks and rice husks) as additives in the manufacture of clay-based bricks. The results indicate that the incorporation of these industrial wastes can be a promising alternative in the production of bricks. Among the different types of bricks evaluated, those with mining tailing waste aggregates showed higher mechanical resistance, with a maximum compressive strength of 33.62 MPa using a dosage of 5 wt%. In contrast, bricks with agricultural waste aggregates showed lower resistance, with a minimum compressive strength of 7.24 MPa using a dosage of 15 wt% cassava peels. However, all the samples met the Colombian requirements and regulations for building materials used in civil construction, which for clay bricks must meet certain technical specifications, such as a minimum compressive strength of 20 MPa, a maximum

water absorption of 20%, a maximum dimensional variation of 5%, among other characteristics. The addition of agricultural wastes to the traditional clay mix can significantly reduce the weight of the bricks by inducing porosity during the firing process. However, the use of mining tailings as aggregates is not recommended, as it does not provide significant lightening and reduces the mechanical resistance of the samples. The percentage of waste added to the mixture should not exceed 10 wt%, as higher values lead to a substantial reduction in compression and flexural resistance. The incorporation of mining and agricultural wastes as a novelty initiative for the development of alternative construction materials provides a potential solution for the reuse of industrial wastes causing negative environmental impacts. The clay-based bricks with the addition of mining and agricultural wastes are resistant under extreme acid and saline environmental conditions. Furthermore, the lightening of the bricks may reduce construction costs by requiring fewer bricks and lighter structures. This study promotes energy saving and the valorization, recycling, and use of mining tailings and agricultural wastes as raw materials in the manufacture of construction materials such as clay-based bricks. Another benefit of using alternative organic materials as agricultural wastes to lighten construction materials such as clay bricks is the creation of air-filled pores in the microstructure of the bricks, which enhances their thermal insulation properties. Thus, developing new mixtures for bricks like those presented in this study can contribute to generating products for civil construction that are both mechanically and thermally resistant and environmentally friendly.

## Acknowledgements

This research is based on the M.A. Saucedo's undergraduate thesis from the Universidad Industrial de Santander. We are more than grateful to the Universidad Industrial de Santander for allowing us access to research facilities (X-ray diffraction and Microscopy laboratories) and human resources. We really appreciate the collaboration of Luis Garrido, technician of the Laboratory of Sample Preparation (School of Geology), and Jairo Hernández, technician of the Laboratory of Characterization of Construction Materials (School of Civil Engineering) of the Universidad Industrial de Santander. The authors also thank the Bautista y Cáceres Ltda brick company for providing us the raw clay-rich soil from the mining area for preparation of the MAWBs. We would like to thank the anonymous referees for their comments and suggestions on the manuscript, as well as the people and institutions mentioned above for their collaboration.

## References

- [1] Usha S., Nair D.G., Vishnudas S., Geopolymer binder from industrial wastes: a review. *International Journal of Civil Engineering and*

- Technology 5(5) (2014) 219-225.  
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.11.041>
- [2] Norgate T., Haque N., Energy and greenhouse gas impacts of mining and mineral processing operations. *Journal of Cleaner Production* 18(3) (2010) 266-274. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.11.041>
- [3] Talaei A., Pier D., Iyer A.V., Ahiduzzaman M., Kumar A., Assessment of long-term energy efficiency improvement and greenhouse gas emissions mitigation options for the cement industry. *Energy* 170 (2019) 1051-1066.  
<https://doi.org/10.1016/j.energy.2018.12.122>
- [4] Katta A.K., Davis M., Kumar A., Development of disaggregated energy use and greenhouse gas emission footprints in Canada's iron, gold, and potash mining sectors. *Resources, Conservation and Recycling* 152 (2020) 104485.  
<https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2019.104485>
- [5] Katta A.K., Davis M., Kumar A., Assessment of greenhouse gas mitigation options for the iron, gold, and potash mining sectors. *Journal of Cleaner Production* 245 (2020) 118718.  
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.118718>
- [6] Aruwajoye G.S., Faloye F.D., Kana E.G., Soaking assisted thermal pretreatment of cassava peels wastes for fermentable sugar production: Process modelling and optimization. *Energy Conversion and Management* 150 (2017) 558-566.  
<https://doi.org/10.1016/j.enconman.2017.08.077>
- [7] Goodman B.A., Utilization of waste straw and husks from rice production: A review. *Journal of Bioresources and Bioproducts* 5(3) (2020) 143-162. <https://doi.org/10.1016/j.biorbp.2020.06.001>
- [8] Laufenberg G., Kunz B., Nystroem M., Transformation of vegetable waste into value added products: (A) the upgrading concept; (B) practical implementations. *Bioresour Technol* 87(3) (2003) 167-198. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(02\)00242-6](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(02)00242-6)
- [9] Cetiner E.G., Unver B., Hindistan M.A., Regulations related with mining wastes: European community and Turkey. *Journal of Mining* 45(1) (2006) 23-34. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2005.09.003>
- [10] Phonphuak N., Saengthong C., Srisuwan A., Physical and mechanical properties of fired clay bricks with rice husk waste addition as construction materials. *Materials Today: Proceedings* 17 (2019) 1668-1674. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.06.189>
- [11] Algin H.M., Turgut, P., Cotton and limestone powder wastes as brick material. *Construction and Building Materials* 22(6) (2008) 1074-1080. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.02.005>
- [12] Bories C., Borredon M.E., Vedrenne E., Vilarem G., Development of eco-friendly porous fired clay bricks using pore-forming agents: A review. *Journal of Environmental Management* 143 (2014) 186-196.  
<https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2014.05.044>
- [13] Görhan G., Şimşek O., Porous clay bricks manufactured with rice husks. *Construction and Building Materials* 40 (2013) 390-396.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.11.051>
- [14] Adeola, J.O., A review of masonry block/brick types used for building in Nigeria. MEng Thesis, University of Benin, Nigeria, 1977.
- [15] Phonphuak N., Chindaprasirt P., Types of waste, properties and durability of pore forming waste-based fired masonry bricks. In: Pacheco-Torgal F., Joao P.L., Chindaprasirt L.P., Kumar S. (Eds.), *Eco-Efficient Masonry Bricks and Blocks* (2014) (pp. 103-127). Woodhead Publishing. <https://doi.org/10.1533/9780857097726.2.103>
- [16] Maschio S., Furlani E., Tonello G., Faraone N., Aneggi E., Minichelli D., Fedrizzi L., Bacchiorrini A., Bruckner S., Fast firing of tiles containing paper mill sludge, glass cullet and clay. *Waste Management* 29(9) (2009) 2880-2885.  
<https://doi.org/10.1016/j.wasman.2009.06.008>
- [17] Mucabit S., Sedat A. The use of recycled paper processing residue in making porous brick with reduced thermal conductivity. *Ceramics International* 35(7) (2009) 2625-2631.  
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2009.03.009>
- [18] Muñoz P., Letelier V., Zamora D. Feasibility of using paper pulp residues into fired clay bricks. *Journal of Cleaner Production* 262 (2020) 121464. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121464>
- [19] Aeslina A.K., Abbas M., Felicity R. John B. Density, strength, thermal conductivity and leachate characteristics of lightweight fired clay bricks incorporating cigarette butts. *International Journal of Environmental Science and Engineering* 2(4) (2010) 179-184.  
<https://doi.org/10.6088/ijese.00202010007>
- [20] Mohajerani A., Kadir A.A., Larobina L. A practical proposal for solving the world's cigarette butt problem: Recycling in fired clay bricks. *Waste Management* 52 (2016) 228-244.  
<https://doi.org/10.1016/j.wasman.2016.03.010>
- [21] Shih P., Wu Z., Chiang H., Characteristics of bricks made from waste steel slag. *Waste Management* 24 (2004) 1043-1047.  
<https://doi.org/10.1016/j.wasman.2004.06.001>
- [22] El-Mahllawy M.S., Characteristics of acid resisting bricks made from quarry residues and waste steel slag. *Construction and Building Materials* 22 (2008) 1887-1896.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.07.012>
- [23] Kayali O., High performance bricks from fly ash. *Proceedings of the World of Coal Ash, Lexington, Kentucky, USA, April 11 - 15, 2005.*
- [24] Sarkar R., Singh N., Das S.K., Effect of addition of pond ash and fly ash on properties of ash-clay burnt bricks. *Waste Management Research* 25 (2007) 566-571.  
<https://doi.org/10.1177/0734242X07081071>
- [25] Cultrone G., Sebastián E., Fly ash addition in clayey materials to improve the quality of solid bricks. *Construction and Building Materials* 23 (2009) 1178-1184.  
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2008.07.019>
- [26] Turgut P., Bulent Y., Physico-mechanical and thermal performances of newly develop rubber-added bricks. *Energy and Buildings* 40 (2008) 679-688. <https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2007.06.006>
- [27] Stolboushkin A.Y., Ivanov A.I., Fomina O.A., Use of Coal-Mining and Processing Wastes in Production of Bricks and Fuel for Their Burning. *Procedia Engineering* 150 (2016) 1496-1502.  
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2016.07.194>
- [28] Dondi M., Guarini G., Chiara Z., Recycling PC and TV waste glass in clay bricks and roof tiles. *Waste Management* 29 (2009) 1945-1951.  
<https://doi.org/10.1016/j.wasman.2009.02.017>
- [29] Chiang K.-Y., Chou P.-H., Hua C.-R., Chien K.-L., Chesseman C., Lightweight-bricks manufactured from water treatment sludge and rice husks. *Journal of Hazardous Materials* 171(1-3) (2009) 76-82.  
<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.05.128>
- [30] Luna L., Ríos C.A., Quintero L.A., Recycling of agroindustrial solid wastes as additives in brick manufacturing for development of sustainable construction materials. *DYNA* 81(188) (2014) 34-41.  
<https://doi.org/10.15446/dyna.v81n188.39690>
- [31] Eliche-Quesada D., Martínez-García C., Martínez-Cartas M.L., Cotes-Palomino M.T., Pérez-Villarejo L., Cruz-Pérez N., Corpas-Iglesias F.A., The use of different forms of waste in the manufacture of ceramic bricks. *Applied Clay Science* 52 (2011) 270-276.  
<https://doi.org/10.1016/j.clay.2011.01.008>
- [32] Lu Z., Zhao Z., Wang M., Jia W., Effects of corn stalk fiber content on properties of biomass brick, *Construction and Building Materials* 127 (2016) 11-17. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.09.027>
- [33] Robuste E., *Técnica y práctica de la industria ladrillera*. Industrias Gersa, Barcelona, 1969.
- [34] ASTM C67-11, Standard Test Methods for Sampling and Testing Brick and Structural Clay Tile. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, PA 19428, USA, 2011.
- [35] ASTM D 2166-00e1, Standard Test Method for Unconfined Compressive Strength of Cohesive Soils. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, PA 19428, USA, 2004.
- [36] ASTM D 1635-00, Standard Test Method for Flexural Strength of Soil-Cement using Simple Beam with 3rd Point Loading. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, PA 19428, USA, 2006.
- [37] ASTM C62-17, Standard Specification for Building Brick (Solid Masonry Units Made From Clay or Shale). American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, PA 19428, USA, 2017.
- [38] ASTM C326-09, Standard Test Method for Drying and Firing Shrinkage of Ceramic White Ware Clays. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, PA 19428, USA, 2014.



- [39] Chisenga S.M., Workneh T.S., Bultosa G., Laing M., Characterization of physicochemical properties of starches from improved cassava varieties grown in Zambia, *AIMS Agriculture and Food* 4(4) (2019) 939-966. <https://doi.org/10.3934/agrfood.2019.4.939>
- [40] Kaplan D.L., Introduction to biopolymers from renewable resources, in: Kaplan D.L. (Ed.), *Biopolymers from Renewable Resources*, Springer, Heidelberg, 1998, pp. 1-29.
- [41] Qin Y., Liu C., Jiang S., Xiong L., Sun Q., Characterization of starch nanoparticles prepared by nanoprecipitation: Influence of amylose content and starch type, *Industrial Crops and Products* 87 (2016) 182-190. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.04.035>
- [42] Sangian H.F., Telleng R., Aruan I., Mosey H.I.R., Tamuntuan G.T., The structural modification of cassava starch using a saline water pretreatment, *Food Science and Technology (Campinas)* 38(1) (2018) 215-220. <https://doi.org/10.1590/1678-457x.19517>
- [43] Sivamani S., Archana K., Santhosh R., Sivarajasekar N., Naveen-Prasad B.S., Synthesis and characterization of starch nanoparticles from cassava Peel, *Journal of Bioresources and Bioproducts* 3(4) (2018) 161-165. <https://doi.org/10.1016/j.jobab.2018.09.002>
- [44] Haroon M., Wang L., Yu H., Abbasi N.M., Ul-Abdin Z., Saleem M., Khan R.U., Ullah R.S., Chen Q., Wu J., Chemical modification of starch and its application as an adsorbent material, *RSC Advances* 82(6) (2016) 78264-78285. <https://doi.org/10.1039/C6RA17328D>
- [45] Tumwesigye K.S., Oliveira J.C., Sousa-Gallagher M.J., New sustainable approach to reduce cassava borne environmental waste and develop biodegradable materials for food packaging applications, *Food Packaging and Shelf Life* 7 (2016) 8-19. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2016.03.004>
- [46] Keller M., Ambrosio E., De Oliveira V.M., Moraes-Góes M., De Carvalho G.M., Batistela V.R., Garcia J.C., Polyurethane foams synthesis with cassava waste for biodiesel removal from water bodies, *Bioresource Technology Reports* 10 (2020) 100396. <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2020.100396>
- [47] Prithivirajan R., Jayabal S., Sundaram S.K., Sangeetha V., Hybrid biocomposites from agricultural residues: mechanical, water absorption and tribological behaviors, *Journal of Polymer Engineering* 37(7) (2015) 1-9. <https://doi.org/10.1515/polyeng-2016-0437>
- [48] Mohd-Zarib N.S., Azam-Abdullah S., Hidayu-Jamil N., Extraction of silica from rice husk via acid leaching treatment, *Proceedings of the Asia International Multidisciplinary Conference 2018, Johor Bahru, Malaysia*, 12-13 May, 2018.
- [49] Park K.-B., Kwon S.-J., Wang X.-Y., Analysis of the effects of rice husk ash on the hydration of cementitious materials, *Construction and Building Materials* 105 (2016) 196-205. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.082>
- [50] Defonseka C., Rice hulls pellets as alternate solid fuel for energy generation, *Polymer and Renewable Resource* 9 (2018) 133-144. <https://doi.org/10.22381/PRR09201811>
- [51] Khadijah-Hubadillah S., Dzarfan-Othmana M.H., Ismail A.F., Rahman M.A., Jaafar J., Iwamoto Y., Honda S., Mohd-Dzahir M.I.H., Mohd-Yusop M.Z., Fabrication of low cost, green silica based ceramic hollow fibre membrane prepared from waste rice husk for water filtration application, *Ceramics International* 44(9) (2018) 10498-10509. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.02.171>
- [52] Hu L., He Z., Zhang S., Sustainable use of rice husk ash in cement-based materials: Environmental evaluation and performance improvement, *Journal of Cleaner Production* 264 (2020) 121744. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121744>
- [53] Kurniawan A., Kosasih A.N., Febrianto J., Ju Y.H., Sunarso J., Indraswati N., Ismadji S., Evaluation of cassava peel waste as low cost biosorbent for Ni-sorption: Equilibrium, kinetics, thermodynamics and mechanism, *Chemical Engineering Journal* 172 (2011) 158-166. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2011.05.025>
- [54] Zayadi N., Othman N., Hamdan R., A potential waste to be selected as media for metal and nutrient removal, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 136(1) (2016) 012051. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/136/1/012051>
- [55] Foo K.Y., Hameed B.H., Utilization of rice husk ash as novel adsorbent: A judicious recycling of the colloidal agricultural waste, *Advances in Colloid and Interface Science* 152 (2009) 39-47. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2009.09.005>
- [56] Johar N., Ahmad I., Dufresne A., Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk, *Industrial Crops and Products* 37 (2012) 93-99. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.12.016>
- [57] Tessmer-Scaglioni P., Badiale-Furlong E., Rice husk as an adsorbent: A new analytical approach to determine aflatoxins in milk, *Talanta* 152 (2016) 423-431. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2016.01.009>
- [58] Ahiduzzaman M., Sadrul-Islam A.K.M., Preparation of porous biochar and activated carbon from rice husk by leaching ash and chemical activation, *SpringerPlus* 5(1) (2016) 1248. <https://doi.org/10.1186/s40064-016-2946-5>
- [59] Othman N., Mohd-Asharuddin S., Cucumis Melo Rind as Biosorbent to Remove Fe(II) and Mn(II) From Synthetic Groundwater Solution, *Advanced Materials Research* 795 (2013) 266-271. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.795.266>
- [60] Mohd-Asharuddin S., Othman N., Mohd-Zin N.S., Tajarudin H.A., A Chemical and Morphological Study of Cassava Peel: A Potential Waste as Coagulant Aid, *MATEC Web of Conferences* 103 (2017) 06012. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201710306012>
- [61] Benesi I.R.M., Characterization of Malawian cassava germplasm for diversity, starch extraction and its native and modified properties, PhD Thesis, University of The Free State, South Africa, 2005.
- [62] Deshmukh P., Bhatt J., Peshwe D., Pathak S., Determination of Silica Activity Index and XRD, SEM and EDS Studies of Amorphous SiO<sub>2</sub> Extracted from Rice Husk Ash, *Transactions of the Indian Institute of Metals* 65 (2012) 63-70. <https://doi.org/10.1007/s12666-012-0055-x>
- [63] Ang T.N., Ngoh G.C., May-Chua A.S., Lee M.G., Elucidation of the effect of ionic liquid pretreatment on rice husk via structural analyses, *Biotechnology for Biofuels* 5(67) (2012) 2-10.
- [64] Kolar, P., Jin, H. (2019). Baseline characterization data for raw rice husk. *Data in Brief*, 25, 104219.
- [65] De la Casa J.A., Lorite M., Jiménez J., Castro E., Valorisation of wastewater from two-phase olive oil extraction in fired clay, *Journal of Hazardous Materials* 169 (2009) 271-278.
- [66] Kadir A.A., Sarani N.A., An Overview of wastes recycling in fired clay bricks, *International Journal of Integrated Engineering* 4(2) (2012) 53-69.
- [67] Romero M., Andrés A., Alonso R., Viguri J., Rincón J.M., Sintering behavior of ceramic bodies from contaminated marine sediments, *Ceramics International* 34 (2008) 1917-1924.
- [68] Akinyele J.O., Igba U.T., Ayorinde T.O., Jimoh P.O., Structural efficiency of burnt clay bricks containing waste crushed glass and polypropylene granules, *Case Studies in Construction Materials* 13 (2020) e00404.
- [69] Dorado-Guerra, H.F., Uso de subproductos de la industria de café y caña de azúcar como fundente y formador de poros en la manufactura de ladrillos de arcilla roja, Undergraduate Thesis, Universidad del Valle, Colombia, 2015.
- [70] Weng C.H., Lin D. F., Chiang P.C., Utilization of sludge brick materials, *Advances in Environmental Research* 7 (2015) 679-685.
- [71] Monteiro S.N., Vieira C.M.F., Effect of oily waste addition to clay ceramic, *Ceramics International* 31 (2005) 353-358. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2004.05.012>
- [72] NTC 4017, Métodos para muestreo y ensayos de unidades de mampostería y otros productos de arcilla, Instituto Colombiano de Normas Técnicas, 1ra actualización, Santa Fé de Bogotá, D.C., Colombia, 2005.
- [73] NTC 4205, Unidades de mampostería de arcilla cocida. Ladrillos y bloques cerámicos, Instituto Colombiano de Normas Técnicas, 1ra actualización, Santa Fé de Bogotá, D.C., Colombia, 2000.
- [74] Takeuchi, C., Comportamiento en la mampostería estructural, Undergraduate Thesis, Universidad Nacional de Colombia, Colombia, 2007.

# BISTUA

Revista de la Facultad de Ciencias Básicas

ISSN: 0120-4211 • ISSN-e: 2711-3027

Volumen 21 - No. 1 Año 2023

**Cuantificación de Zearalenona en el arroz cultivado en Norte de Santander y su efecto citotóxico sobre las células HepG2**

*Quantification of Zearalenone in rice cultivated in Norte de Santander and its cytotoxic effect on HepG2 cell*  
Mayra Parada; Nancy Jaimes; Liliana Rojas. Páginas 9-17

**Cálculo del potencial de Bohm a partir de la solución de la ecuación de Ermakov**

*Calculation of the Bohm potential from the solution of the Ermakov equation*

Jairo Alonso Mendoza S.; Juan Carlos Lopez C.; Rosalba Mendoza Suarez. Páginas 18-22

**Foconductividad persistente en fibras de titanato de estroncio, estimación de trampas superficiales y profundas**

*Persistent photoconductivity in strontium titanate fibers, estimation of surface and deep traps*

Diego A. Landinez; Jorge-Enrique Rueda-P; Antonio Carlos Hernandes. Páginas 23-30

**Caracterización mineralógica y geoquímica de la mineralización vetiforme de Au-Ag de la Quebrada Aserradero, municipio de California, Santander (Colombia): implicaciones geometalúrgicas**

*Mineralogical and geochemical characterization of the Au-Ag vetiform mineralization of the Aserradero Stream, municipality of California, Santander (Colombia): geometalurgic implications*

Carolina Santamaría-Galvis; Carlos Alberto Ríos-Reyes; Walter Pardave-Livia. Páginas 31-40

**Efecto de relaves mineros, cáscaras de yuca y desechos de cáscara de arroz en el desempeño y durabilidad de los ladrillos cocidos**

*Effect of mining tailings, cassava peels, and rice husk wastes on performance and durability of fired bricks*

Mario Alberto Saucedo-Coley; Carlos Alberto Ríos-Reyes; German Adolfo Díaz-Ramírez. Páginas 41-53



Publicado: 10/Junio/ 2023