

# **ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL**

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y  
AGROINDUSTRIA**

**OBTENCIÓN Y MODIFICACIÓN DE UNA ZEOLITA TIPO  
FAUJASITA**

**PROYECTO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO  
QUÍMICO**

**PABLO SEBASTIÁN VIZCAÍNO MOREIRA**  
sebastian\_230489@hotmail.com

**DIRECTOR: DIANA ENDARA DRANICHNIKOVA Ph.D**  
diana.endara@epn.edu.ec

**Quito, Noviembre 2016**

© Escuela Politécnica Nacional (2016)  
Reservados todos los derechos de reproducción

## **DECLARACIÓN**

Yo Pablo Sebastián Vizcaíno Moreira, declaro que el trabajo aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

La Escuela Politécnica Nacional puede hacer uso de los derechos correspondientes a este trabajo, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normativa institucional vigente.

---

Pablo Sebastián Vizcaíno Moreira

## **CERTIFICACIÓN**

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por Pablo Sebastián Vizcaíno Moreira, bajo mi supervisión.

---

Diana Endara Dranichnikova PhD.  
DIRECTOR DEL PROYECTO

## **AUSPICIO**

La presente investigación contó con el auspicio financiero del proyecto (PIMI-1413), que se ejecutó en el Departamento de Metalurgia Extractiva.

## AGRADECIMIENTOS

A Dios, porque todas las cosas ayudan a bien a los que a Él temen.

A mi papá, que es un grande, y a mi madre aún más grande.

A mis hermanos, gente linda que han llenado de alegría mi vida.

A Eve y Packo, tíos que ayudaron a empujar este velero.

A mi novia, la manabita más linda después de mi madre.

A mis amigos de aulas y charlas. Javier, Adrián, Meza, Gu, Rashu y Juanka.

A la Ing. Diana Endara, por guiarme con sus conocimientos, creer en mis capacidades y brindarme su amistad.

Al Ing. Ernesto de la Torre, un guía importante en el desarrollo de este proyecto, además de las inolvidables clases de unitarias 3, con cereal incluido.

A todo el equipo Demex, a cada uno de sus integrantes y en manera especial a Don Clever, gran apoyo en los análisis DRX.

A todos quienes formaron parte de este efecto mariposa, desde el guardia que alguna vez no me dejó entrar a las polifiestas, hasta el ingeniero que me permitió dar el examen atrasado, desde don Carlitos con los avisos de que no viene el inge hasta el profesor que anunció mi suspenso. A quienes me mostraron una sonrisa gentil y también a quienes me dieron la espalda alguna vez, sin cada uno de ellos no hubiera sido posible este logro. ¡Gracias!.

A Calamaro.

## **DEDICATORIA**

A mi familia, porque nos hemos mantenido unidos con la ayuda de Dios.

## Obtención y Modificación de una Zeolita tipo Faujasita

**Resumen:** Para la obtención de una zeolita tipo faujasita NaY por medio de procesos hidrotérmicos es importante definir las concentraciones de aluminato de sodio, silicato de sodio, hidróxido de sodio y agua, las mismas que han sido estudiadas en la presente investigación. La modificación de la zeolita a través del intercambio iónico, es tratado en el presente estudio, el catión  $\text{Na}^{1+}$ , parte de la estructura inicial de la faujasita, es removido por cationes tales como  $\text{NH}_4^{1+}$  y  $\text{La}^{3+}$ . La relación molar obtenida, de los óxidos precursores, para la formulación del gel semilla resultó:  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 12,26$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 13,27$  y  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2,16$ . En el caso del gel estructural se reporta las siguientes relaciones molares:  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 10,90$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 11,92$  y  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2,18$ . La temperatura óptima de cristalización fue de  $90\text{ }^\circ\text{C}$  para el gel semilla y  $80\text{ }^\circ\text{C}$  en el gel estructural. La zeolita obtenida fue caracterizada mediante difracción de rayos X (DRX), a través de análisis comparativos entre los difractogramas de la zeolita desarrollada y patrones de faujasitas tipo NaY. Mediante análisis de área superficial BET se determinó una superficie específica de  $875\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$  y un radio de poro de  $5,88\text{ \AA}$ , además se complementó el análisis morfológico mediante microscopía electrónica de barrido (MEB). El comportamiento de intercambio iónico para el caso del ión amonio, reportó un intercambio de  $59,8\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$  bajo las mejores condiciones de experimentación ( $8\text{ h}$ ,  $20\text{ cm}^3\cdot\text{g}^{-1}$ ), mientras que en el caso del ión lantano resultó ser  $38\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$  ( $24\text{ h}$ ,  $50\text{ cm}^3\cdot\text{g}^{-1}$ ).

**Palabras clave:** Faujasita, amonio, lantano, hidrotérmico

## Synthesis and Modifying a Faujasite-Type Zeolite

**Abstract:** To obtain a NaY faujasite type zeolite by hydrothermal processes is important to define the concentrations of sodium aluminate, sodium silicate, sodium hydroxide and water, them that have been studied in this research. The modification of the zeolite through ion exchange is dealt with in this paper, the cation  $\text{Na}^{1+}$ , part of the initial structure of the faujasite, is removed by cations such as  $\text{NH}_4^{1+}$  y  $\text{La}^{3+}$ . The molar ratios of precursor oxides obtained for seed gel formulation were:  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 11,88$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 13,27$  y  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2,16$ . For structural gel the following molar ratios are reported:  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 10,90$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 11,92$  y  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2,18$ . The optimal crystallization temperature was  $90\text{ }^\circ\text{C}$  to seed gel and  $80\text{ }^\circ\text{C}$  to structural gel. The synthesized zeolite was characterized with X-ray diffraction (XRD), through comparative analysis between the X-ray crystallography of the developed faujasite and crystallographic patterns NaY faujasite type. By Brunauer-Emmet-Teller (BET) Surface Area Analysis, was determined a surface area of  $875\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$  and porous size of  $5.88\text{ \AA}$ , also morphological analysis was complemented by scanning electron microscopy (SEM). Ion exchange behavior in the case of ammonium ion was  $59,8\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ , under the best test conditions ( $8\text{ h}$ ,  $20\text{ cm}^3\cdot\text{g}^{-1}$ ), whereas in the case of ion lanthanum was  $38\text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$  ( $24\text{ h}$ ,  $50\text{ cm}^3\cdot\text{g}^{-1}$ ).

**Keywords:** Faujasite, ammonium, lanthanum, hydrothermal.

### 1. INTRODUCCIÓN

Las zeolitas son aluminosilicatos cristalinos, con una estructura tridimensional, formada por tetraedros  $\text{TO}_4$  ( $T = \text{Si}, \text{Al}$ ) que forman cavidades de dimensiones moleculares, los mismos que pueden albergar cationes, moléculas de agua u otras especies; debido a que los poros adsorben estructuras que se ajustan perfectamente a la cavidad, estos actúan como tamices de moléculas, por lo tanto las zeolitas son un conjunto de tamices o nanoreactores moleculares (Cejka, et al., 2007).

La sodalita ( $\beta$ -cavidad), es una estructura básica que se encuentra en las zeolitas de mayor importancia (tipo A, X, y Y), la misma que es un octaedro truncado, en cuyos vértices se simboliza los átomos de silicio (Si) y aluminio (Al), siendo

el átomo de oxígeno el que está entre ellos (Roland y Kleinschmit, 2005).

La forma como se unen las sodalitas da el tipo de zeolita que se puede obtener, cuando las  $\beta$ -cavidades se unen entre las unidades cúbicas dan lugar a una zeolita tipo A, en donde se forma una nueva cavidad conformada por 8 T átomos. Si la sodalita se une entre los prismas hexagonales, el resultado es una zeolita tipo faujasita (FAU), y se crea una nueva cavidad llamada súper caja o  $\alpha$ -cavidad (diámetro  $1,2\text{ nm}$ ) y cuya ventana está formada por 12 T átomos (Gómez, 2001; Roland y Kleinschmit, 2005).

Una representación en poliedros se muestra en la Figura 1, en donde la súper caja característica de una estructura tipo faujasita es formada por cajas más pequeñas como la sodalita o  $\beta$ -cavidad (Roland y Kleinschmit, 2005).

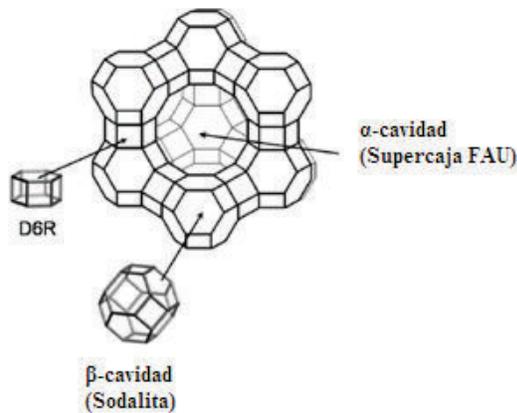


Figura 1. Estructura de una zeolita tipo faujasita, mostrando sus cavidades y canales característicos. (Macías et al. 2012)

Todas las zeolitas tienen la fórmula general mostrada en la Ecuación (1).



En donde M es un catión del grupo IA o IIA, n la valencia del catión, "x" y "y" representan el número total de tetraedros por unidad de celda, y w el contenido de agua (H. van Bekkum et al., 2001). Los tetraedros  $(SiO_4)^{4-}$  y  $(AlO_4)^{5-}$  constituyen la unidad básica de la zeolita. El tetraedro formado por el silicio y el oxígeno son eléctricamente neutros dentro de la estructura, pero al ser reemplazado por tetraedros de aluminio, el equilibrio eléctrico se pierde, los mismos que son compensados por cationes metálicos intercambiables que se ubican dentro de las cavidades de la zeolita (Calleja, 2009).

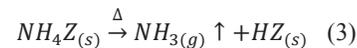
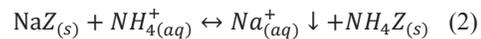
En la estructura tipo faujasita se denotan dos tipos: la zeolita X y la zeolita Y, que se diferencian por el contenido de sílice. La estructura tipo X presenta una relación Si/Al entre 1 a 1,5; mientras que la zeolita tipo Y tiene relaciones Si/Al mayores a 1,5. (Frising y Leflaive, 2007). La estructura porosa de la zeolita tipo FAU, forma sistemas tridimensionales de cavidades: las comprendidas por la súper-cajas ( $\alpha$ -cavidades) de 13 Å de diámetro que conectadas a otras cuatro súper-cajas forma una ventana de 7 Å y las cavidades formadas por sodalitas ( $\beta$ -cavidades) que debido a su reducido tamaño no son accesibles a moléculas orgánicas, no así en la súper-cavidad de 13 Å, que es la ruta de acceso de moléculas orgánicas, dándole a este tipo de estructura las propiedades catalíticas en procesos de refinación de craqueo catalítico fluidizado (Guisnet y Ramoa, 2006).

La presencia de cationes metálicos como compensadores de carga en las cavidades de la zeolita, hace posible procesos post-síntesis, con aplicaciones catalíticas. La extracción de los cationes metálicos provoca la creación de sitios activos, es decir que cada tetraedro de aluminio corresponde a un protón o sitio de catión intercambiable.

El objetivo del intercambio iónico generalmente es producir sitios ácidos de Brønsted y de Lewis. Se define como acidez

de Brønsted, cuando la especie tiene un protón que puede ser donado, en el caso de de la zeolita, un átomo de hidrogeno (protón) está enlazado a un átomo de oxígeno que se conecta a los tetraedros de Si y Al. La acidez de Lewis se define cuando la especie es deficiente en electrones, por lo que tiene la habilidad de aceptar electrones durante la interacción con otras especies. Los sitios ácidos de Lewis crean un fuerte campo electrostático capaz de polarizar las moléculas adsorbidas que resulta en su activación (Ramesh, 1998; Sami, 2013).

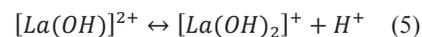
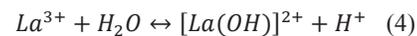
La Na-zeolita, es la estructura que mayormente es sintetizada, y es la principal fuente para la obtención de  $NH_4$ -zeolitas, de gran uso en reacciones de catálisis ácida, en donde el catión sodio es intercambiado por el catión amonio formando la estructura  $NH_4$ -Z, y tras un proceso de calcinación a 400 °C se produce una desamonificación de la estructura zeolítica, quedando de la forma H-Z, como se muestra en las Ecuaciones (2) y (3) (Sherhan, 2011; Roland y Kleinschmit, 2005).



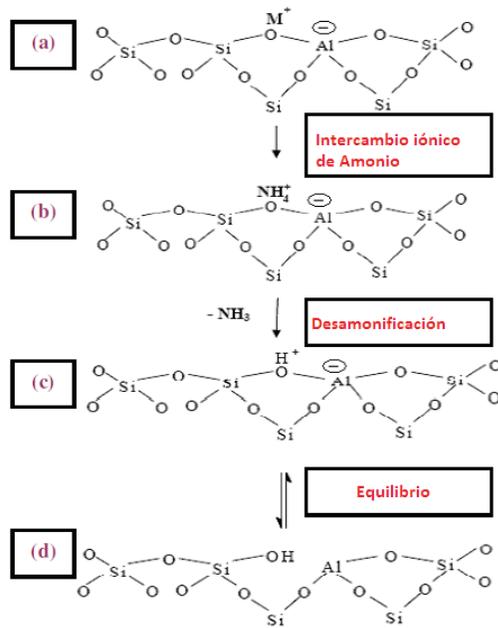
El protón  $H^+$  en la estructura H-Z está unido a átomos de oxígeno para formar grupos OH, y consecuentemente se forma la estructura Si-O(H)-Al, el mismo que se denomina sitio ácido de Brønsted.

El paso de desamonificación, es posible sólo bajo un proceso térmico, de aquí que la zeolita X no puede llegar a formar estructura ácida H-Z, debido a que su estructura cristalina es destruida cuando se somete a temperaturas altas (Guisnet y Ramoa, 2006). En La Figura 2, se ilustra el proceso de intercambio iónico entre el amonio y una zeolita.

Las zeolitas intercambiadas con tierras raras (ReY) son de alto uso catalítico, particularmente en el proceso de cracking. Durante el intercambio iónico el lantano es introducido, en la súper-caja en forma hidratada, y tras la disociación de las moléculas de agua, se da lugar a la formación de los sitios ácidos de Brønsted. El lantano en forma hidratada tiende a formar dos especies, producto de las disociaciones de las moléculas de agua, como se indica en las Ecuaciones (4) y (5) (Guisnet y Ramoa, 2006):



En la primera especie, el lantano dentro de la estructura de la zeolita, está ligado a un hidroxilo y a dos átomos de oxígeno, mientras que en la segunda especie, está ligado a dos hidroxilos y un átomo de oxígeno. La presencia de estas dos especies, provoca variaciones de carga, la misma que permite una incorporación energética más favorable dentro de las cavidades de la zeolita, además que los sitios protónicos generados, son los responsables del proceso de craqueo catalítico (Guisnet y Ramoa, 2006; Schüßler, 2013).



**Figura 2.** a) Estructura de una zeolita, donde M es cualquier catión metálico. b) Formación de la estructura NH<sub>4</sub>-Z por proceso de intercambio iónico con el ión amonio. c) Eliminación del ión NH<sub>4</sub><sup>+</sup> por procesos térmicos. d) proceso de equilibrio, se observa la formación del sitio ácido de Brønsted (Si-OH-Al) (Sherhan, 2011).

En la presente investigación se busca la obtención de una zeolita tipo faujasita Y, por medio de procesos hidrotérmicos, para posteriormente modificar su catión estructural intercambiable (Na<sup>+</sup>), con cationes NH<sub>4</sub><sup>+</sup> y La<sup>3+</sup>, por medio de intercambio iónico. Los procesos de obtención y modificación post síntesis de la faujasita, están orientados a contribuir a una investigación aun no desarrollada en el país, la obtención del catalizador de craqueo catalítico fluidizado.

## 2. METODOLOGÍA

### 2.1 Materiales y Reactivos

En el proceso de síntesis de la zeolita NaY se utilizó los siguientes reactivos en grado técnico: aluminato de sodio granular (50 - 56 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 40 - 46 % Na<sub>2</sub>O), silicato de sodio granular (10,6 % Na<sub>2</sub>O, 25,5 % SiO<sub>2</sub>), hidróxido de sodio (NaOH), agua destilada (H<sub>2</sub>O), alcohol potable (CH<sub>3</sub>OH). En el proceso de modificación post síntesis, los reactivos utilizados fueron en grado reactivo: nitrato de amonio (NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>), nitrato de lantano hexahidratado (LaNO<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O), agua destilada (H<sub>2</sub>O).

### 2.2. Obtención de una zeolita tipo faujasita NaY

#### 2.2.1. Proceso de Síntesis

Se obtuvo una solución usando 2,09 g de aluminato de sodio, 8,14 g de hidróxido de sodio y 40 g de agua; se agitó a temperatura ambiente hasta disolver completamente con ayuda de un agitador magnético, posteriormente se añadieron 18,28 g de silicato de sodio, se agitó por 10 minutos más

hasta homogenizar la mezcla, a continuación la solución se dejó envejecer a 90 °C (Lutz, et al., 2011; Xu, et al., 2007) en una estufa por 24 h. Esta solución se conoce como gel semilla, la misma que tuvo las siguientes relaciones molares de síntesis: SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 12,26; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 13,27 y Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,16 (Robson, 2001; Xu et al, 2007).

Posteriormente se obtuvo una solución formada por 4,5 g de aluminato de sodio; 0,12 g de hidróxido de sodio y 117,8 g de agua y se agitó hasta disolver completamente a temperatura ambiente, después se añadió 36,61 g de silicato de sodio y 7,30 g de la solución gel-semilla (Lutz, et al. 2011) y se procedió a agitar por 10 minutos hasta alcanzar una sola fase. Seguido la solución se sometió a un proceso de cristalización o envejecido en una estufa a 80 °C durante 48 h (Roland y Kleinschmit, 2005; Robson, 2001; Cundy y Cox, 2003). Esta solución se conoce como gel estructural, y las relaciones molares de los óxidos según la formulación fue: SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 10,90; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 11,92 y Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,18.

El gel se dejó enfriar por 30 min, y se procedió a un proceso de lavado y filtrado con agua y metanol, para bajar el pH del precipitado formado a un valor igual a 9 (Xu et al. 2007). La zeolita filtrada se sometió a un proceso de secado en una estufa a 100 °C por 12 h.

En el proceso de síntesis se experimentó con las variables y sus respectivos valores de estudio como se muestran en la Tabla 1, las mismas que fueron asumidas como las más importantes según observaciones preliminares realizadas. En el proceso de experimentación para definir cada parámetro se fijó las variables restantes en un valor medio del rango de estudio, mientras que el parámetro analizado se varió en los valores a experimentar.

#### 2.2.2 Caracterización de la muestra sintetizada

La estructura cristalina se estudió mediante difracción de rayos X (DRX), utilizando un equipo Brunker AXS, modelo D8 Advance con Cuk<sub>α</sub> = 0,154 nm y velocidad de escaneo de 2° por minuto. El difractograma obtenido fue comparado con el difractograma patrón ICDD-PDF# 00-012-0228 correspondiente a una Na-FAU de fórmula 2Na•2Al•3.3Si•10.6O•7H<sub>2</sub>O.

La estructura morfológica se examinó por microscopia

**Tabla 1.** Variables que se analizaron en la obtención de una zeolita tipo faujasita

|  | Variables                           | Valor o rango            |
|--|-------------------------------------|--------------------------|
| T <sub>semilla</sub>                                     | Temperatura cristalización semillas | 20, 90, 110 °C           |
| X <sub>SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></sub> | Relación molar semilla              | 10 - 13                  |
| X <sub>Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></sub> | Relación molar semilla              | 10 - 14                  |
| X <sub>Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub></sub>             | Relación molar semilla              | 1 - 3                    |
| T <sub>cristal</sub>                                     | Temperatura cristalización zeolita  | 80, 90, 100, 110, 120 °C |
| t <sub>cristal</sub>                                     | Tiempo de cristalización            | 24, 48, 72 h             |
| Y <sub>SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></sub> | Relación molar gel estructural      | 10 - 13                  |
| Y <sub>Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></sub> | Relación molar gel estructural      | 10 - 14                  |
| Y <sub>Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub></sub>             | Relación molar gel estructural      | 0,5 - 2,5                |

electrónica de barrido (MEB) con un equipo Bunker modelo Vega Tescan con detector de rayos X. El área superficial, volumen y tamaño de poro se determinó por la técnica de análisis de isothermas de fisisorción mediante el método BET haciendo uso del equipo Nova 4200. El tamaño de la unidad de celda se calculó según la norma ASTM D3942-03.

### 2.3. Intercambio iónico

#### 2.3.1 Proceso de intercambio iónico

El proceso post síntesis de intercambio iónico se dio entre el catión sodio ( $\text{Na}^{1+}$ ) de la zeolita, y los cationes amonio ( $\text{NH}_4^{1+}$ ) y lantano ( $\text{La}^{3+}$ ) obtenidos de soluciones de nitrato de amonio y nitrato de lantano hexahidratado respectivamente.

En el caso del ión  $\text{NH}_4^{1+}$  se procedió a elaborar 20  $\text{cm}^3$  de una solución de nitrato de amonio 1 M, la misma que se puso en contacto con 1 g de zeolita, la relación de solución/faujasita resultante fue 20  $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$  (Karim, et al., 2013; Punyapalayakul, et al., 2009), durante un tiempo de contacto de 8 h a 60 °C. Sin embargo se hicieron otras pruebas variando la relación solución/faujasita (10  $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$  y 15  $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ ) y los tiempos de contacto (4 h y 24 h) para analizar el comportamiento de la faujasita. Posteriormente la solución se filtró y se lavó con agua destilada, con un volumen total (solución filtrada + solución de lavado) de 118,5  $\text{cm}^3$  y se recuperó la zeolita modificada.

Para conocer la cantidad de iones amonio adsorbidos por la zeolita de la solución de nitrato de amonio, la solución recuperada se envió a un análisis de espectrofotometría en un equipo HACH modelo Dr 2800, y de igual forma se cuantificó la presencia de iones  $\text{Na}^{1+}$  procedentes de la zeolita en la solución de contacto mediante análisis de absorción atómica con un espectrofotómetro marca Perkin Elmer modelo AAnalyst 300. La zeolita modificada con el catión  $\text{NH}_4^{1+}$  ( $\text{NH}_4\text{-Z}$ ) se sometió a un proceso de desamonificación por calcinación a 400 °C durante 6 h para formar la zeolita H-Z (Hidalgo, et al. 1984; Punyapalayakul, et al., 2009).

Para el intercambio iónico del  $\text{La}^{3+}$  se puso en contacto 0,5 g de zeolita sin modificar con 25  $\text{cm}^3$  de una solución 0,5 M de nitrato de lantano a 80 °C, siendo la relación de concentración 50  $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$  (Sugunan y Thomas, 2005; Huang, et al., 1995), y se evaluó los tiempos de contacto de 4 h, 8 h y 24 h. Posteriormente la solución se filtró y se lavó con un volumen total (solución filtrada + solución de lavado) de 140  $\text{cm}^3$  y se recuperó la zeolita modificada. La solución recuperada se envió a un análisis por la técnica de espectrofotometría en un equipo ICP óptico, marca Perkin Elmer modelo Óptima 8000. La zeolita modificada con  $\text{La}^{3+}$  finalmente se sometió a un proceso de calcinación a temperatura de 500 °C por 6 h (Fuess, et al., 1995; Sugunan y Thomas 2005).

#### 2.3.2 Caracterización de la zeolita modificada

Las zeolitas modificadas fueron analizadas mediante difracción de rayos X, los difractogramas obtenidos se compararon con el patrón ICDD-PDF# 00-012-0228,

utilizado para validar la estructura cristalina NaY, además se complementó el estudio mediante Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) analizando las bandas principales del espectro entre 4 000 – 400  $\text{cm}^{-1}$ , con un espectrofotómetro marca Perkin Elmer, modelo Spectrum One.

En el caso del catión  $\text{NH}_4^{1+}$ , a partir de los iones adsorbidos por la zeolita para las concentraciones 10, 15, 20  $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ , se analizó mediante el modelo de las isothermas de Freundlich la afinidad entre la zeolita sintetizada y el catión en estudio. La forma linealizada se muestra en la Ecuación (6).

$$\ln q_e = \ln k_f + \frac{1}{n} (\ln C_e) \quad (6)$$

Dónde:  $q_e$  es la cantidad de amonio adsorbido en un gramo de zeolita ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ),  $k_f$  la constante de Freundlich, asociada a la capacidad de adsorción,  $n$  un indicador de la intensidad de adsorción y  $C_e$  la concentración de amonio en la solución ( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ). Un valor de  $n > 1$  indica que la adsorción se dio en condiciones favorables, se debe añadir que este análisis se realizó a la solución de contacto, no a la zeolita. (Kabwadza y Wazingna, 2014; Kučić, et al, 2012).

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1 Síntesis de una zeolita tipo faujasita NaY

#### 3.1.1 Influencia de la temperatura de cristalización del gel semilla.

La mejor temperatura de cristalización se obtuvo a  $T = 90^\circ\text{C}$ , el difractograma obtenido presentó la existencia de los picos característicos de una zeolita tipo FAU ( $2\theta = 6,19^\circ, 10,11^\circ$  y  $11,86^\circ$ ), además que la mayoría de picos sí se ajustó al patrón ICDD-PDF# 00-012-0228. Sin embargo el pico  $2\theta = 12,3^\circ$  no correspondió al modelo comparado, siendo este pico propio de faujasitas tipo X, y estuvo presente en los difractogramas de todas las temperaturas experimentadas (20 °C, 90 °C y 110 °C). El difractograma que presentó menor intensidad del pico antes mencionado fue el de  $T = 90^\circ\text{C}$ . Los resultados correspondientes a 20 °C y 110 °C, tuvieron la presencia de picos extras que no pertenecían al patrón comparativo.

Temperaturas elevadas producen procesos de cristalización rápidas, derivando en cristales grandes, y en estructuras menos cristalinas, incluso amorfas (Yu, 2007), así los picos del difractograma a 110 °C fueron menos definidos que los experimentados a menor temperatura.

#### 3.1.2 Influencia de las relaciones molares del gel semilla

Las relaciones molares en función de los óxidos precursores, que mejor se ajustaron al patrón NaY fueron:  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 12,26$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 13,27$  y  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2,16$ . La presencia de decimales en los valores numéricos de las relaciones, se debe a que el silicato de sodio (10,6 %  $\text{Na}_2\text{O}$ , 25,5 %  $\text{SiO}_2$ ) y el aluminato de sodio (50 – 56 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 40 - 46 %  $\text{Na}_2\text{O}$ ) contienen concentraciones no bipartitas de

los óxidos que lo conforman. Por tal razón, en la experimentación se trató de acercarse a los niveles recomendados bibliográficamente y señalados en la Tabla 1 (Cundy y Cox, 2003; Lutz, et al., 2011; Robson, 2001; Roland y Kleinschmit, 2005; Xu, et al., 2007).

La relación teórica  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  se definió en función del valor más alto en el que el difractograma aún se ajustó al patrón de referencia, esto debido a que las faujasitas tipo Y presentan relaciones  $\text{Si}/\text{Al} > 1,5$ . Una observación importante que se obtuvo en los difractogramas, fue que a menor relación  $\text{Si}/\text{Al}$  más intenso era el pico  $2\theta = 12,3^\circ$ , esto se explica debido a que su ubicación es propia de una faujasita tipo X, de modo que se escogió la relación molar en el que el difractograma presentó menor intensidad del pico  $2\theta = 12,3^\circ$ .

La cantidad de aluminato de sodio empleado determina la concentración de aluminio en la estructura, por lo que para obtener una zeolita tipo NaY ( $\text{Si}/\text{Al} > 1,5$ ) la cantidad de aluminato de sodio presente debe ser lo más baja posible, sin embargo al experimentarse con la relación  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 13$  (límite superior del rango de estudio), el difractograma mostró una gama de picos que no se ajustaron al de una zeolita tipo NaY, esto implica que para sintetizar una faujasita de poco contenido en aluminio o relaciones altas de  $\text{Si}/\text{Al}$  (mayores a 5) es necesario la incorporación de templadores orgánicos, que ayuden a mantener la estructura zeolítica (Cundy y Cox, 2003; García y Li, 2015).

### 3.1.3 Influencia de la temperatura de cristalización del gel estructural

En la obtención de la solución estructural, la temperatura de cristalización del gel, resultó un parámetro sensible. El trabajar a temperaturas elevadas ( $T \geq 110^\circ\text{C}$ ) resultó no idóneo, la solución formada alcanzó el punto de ebullición, alterando las condiciones de reposo de la cristalización por lo que no fue posible lograr la estructura cristalina tipo FAU a  $110^\circ\text{C}$ , incluso algunas de las pruebas a  $120^\circ\text{C}$  se reportaron como estructura amorfa.

Para muestras sintetizadas a temperaturas entre  $90$  y  $100^\circ\text{C}$ , los picos se ajustaron al patrón de comparación, sin embargo, se evidenció aún el pico  $2\theta = 12,3^\circ$ , el mismo que corresponde a la zeolita tipo NaX. La temperatura de cristalización en donde no se obtuvo el pico antes mencionado, fue a  $80^\circ\text{C}$ .

### 3.1.4 Influencia de las relaciones molares del gel estructural

Las relaciones molares que más se ajustaron a la estructura zeolítica tipo faujasita fueron:  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 10,90$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 11,92$  y  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2,18$ . Resultados con relación  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 > 12$  no fueron satisfactorios, es decir no fue posible alcanzar la estructura deseada (FAU), se obtuvieron difractogramas sin los picos característicos de la zeolita tipo FAU ( $2\theta = 6,19^\circ$ ,  $10,11^\circ$  y  $11,86^\circ$ ), esto debido a que sintetizar zeolitas con alto contenido de sílice, implica el uso de agentes que direccionen la estructura, conocidos como SDA (“*specific structure-directing agent*”) o agentes templadores orgánicos, a modo de ejemplo, el más conocido

es el tetra-propil amonio  $\text{TPA}^+$  (Cundy y Cox, 2003; Robson, 2001; Yu, 2007).

El difractograma obtenido a las relaciones molares recomendadas, se definió buscando la relación  $\text{Si}/\text{Al}$  más alta que se ajustó al patrón ICDD-PDF# 00-012-0228. Es importante recalcar que la relación molar teórica de formulación no es la relación molar estructural final de la zeolita (Yu, 2007).

### 3.1.4 Tiempo de cristalización de la zeolita tipo FAU

El tiempo de envejecido, que se escogió fue 48 h, debido a que mostró picos más definidos que los cristalizados a 24 h. En procesos de cristalización para zeolitas de alto contenido de sílice, es recomendable largos periodos de cristalización, sin embargo, la zeolita sintetizada en el presente estudio es de contenido medio, por lo que un tiempo de 48 h es suficiente para una buena formación de pequeños cristales.

Tiempos muy cortos de envejecido, no permiten que se complete el proceso de nucleación en la solución, es necesario al menos 2 h sólo para activar e iniciar la cristalización del aluminosilicato (Arifuzzaman, et al., 2010). Tiempos prolongados de cristalización ( $t > 24$  h) aumentan la sobresaturación de la solución aumentando la formación de cristales con estructura tipo zeolita Y.

La Figura 3 muestra el difractograma de una zeolita con tiempo de cristalización 48 h, y a las mejores condiciones de síntesis analizadas anteriormente: gel semilla ( $T = 90^\circ\text{C}$ ,  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 12,26$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 13,27$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2,16$ ); gel estructural ( $T=80^\circ\text{C}$ ,  $t = 48$  h,  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 10,90$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 11,92$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2,18$ ). Los picos obtenidos corresponden a las ubicaciones del difractograma patrón ICDD-PDF# 00-012-0228, se logró eliminar la presencia del pico  $2\theta = 12,3^\circ$ ; y tras un análisis cualitativo se concluye que el aluminosilicato sintetizado en este estudio corresponde a una zeolita tipo Faujasita NaY.

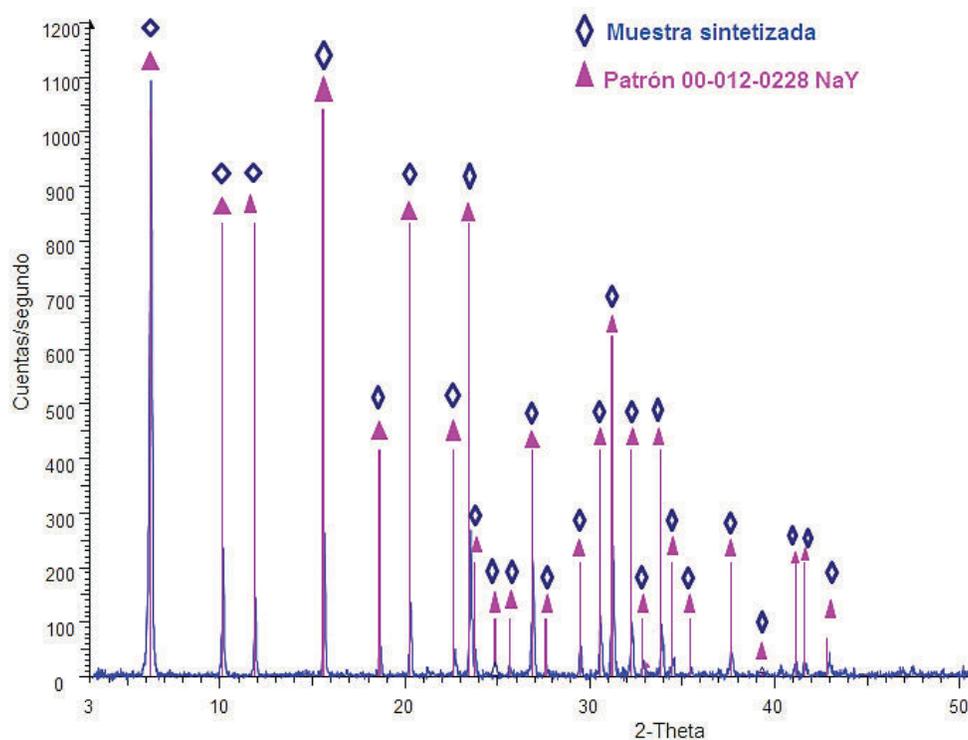
## 3.2 Morfología de la Zeolita sintetizada

### 3.2.1 Análisis BET

Mediante análisis de isotermas de adsorción (BET) utilizando gas nitrógeno, realizado a la zeolita que más se ajustó al difractograma patrón, se determinó un área superficial de  $874,51 \text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ , un radio promedio de microporo y mesoporo de  $5,88 \text{ \AA}$  y  $17,25 \text{ \AA}$  respectivamente y un volumen promedio de microporos de  $0,32 \text{ cc}\cdot\text{g}^{-1}$ .

En catálisis, el área superficial es considerada extremadamente importante para impregnaciones de metales activos. El valor obtenido, implica que el proceso realizado es bueno, el área que se obtuvo es comparable a faujasitas comerciales, a modo de ejemplo se reporta en algunos estudios afines las siguientes áreas para faujasitas tipo NaY:  $731,5 \text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ ,  $686 \text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ ,  $625 \text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$  (Karami y Rohani, 2009; Wittayakun, et al. 2007; Maesen, et al. 2000).

Referente a los microporos de la estructura zeolítica, el valor



**Figura 3.** Diffractograma obtenido a condiciones: gel semilla ( $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 12,26$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 13,27$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2,16$ ); gel estructural ( $T = 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $t = 48\text{ h}$ ,  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 10,90$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 11,92$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2,18$ )

hallado para el diámetro del poro fue  $11,76\text{ \AA}$ , se debe tomar en cuenta que corresponde a un valor promedio, por lo que en zeolitas tipo FAU, los microporos presentan generalmente aperturas en rangos de  $4\text{ a }8\text{ \AA}$  correspondiente a las llamadas cajas o canales y rangos mayores a  $8\text{ \AA}$  que corresponden a las super cajas ( $14\text{ \AA}$ ) (Guisnet y Ramoa, 2006).

La razón de la selectividad de los catalizadores zeolíticos se debe a que la reacción se produce en el interior de los poros de la zeolita. Para procesos catalíticos de isomerización de hidrocarburos, halogenación de aromáticos, entre otros, es necesario la presencia de microporos en su estructuras, esto debido a que las dimensiones de los tamaños de poros son bien definidas, no así en otras estructuras microporosas, que tienen una mayor distribución de tamaños, y porque sus dimensiones le otorga la propiedad de ser selectivo tanto para reactante como para producto (Ryan, 2006).

De los resultados obtenidos también se observa la presencia de mesoporos con un diámetro promedio de  $34,5\text{ \AA}$ , el mismo que es una dimensión pequeña dentro del rango de los mesoporos, este resultado es de interés, debido a que para procesos de catálisis, no es muy favorable tener mesoporos de dimensiones grandes, sin embargo la presencia de estos poros juegan un rol importante, como facilitadores de la difusión de las moléculas (Guisnet y Ramoa, 2006).

Para las zeolitas se reporta en bibliografía un volumen de poro de  $0,1\text{ a }0,35\text{ cc.g}^{-1}$  (Auerbach, et al., 2003) por lo que el valor obtenido está dentro de los rangos esperados. El

volumen del poro es un indicador de la capacidad de moléculas que puede almacenar o retener cada canal de la estructura, en consecuencia al tener un valor de  $0,32\text{ cc.g}^{-1}$ , se está en el rango superior para las estructuras zeolíticas, indicando una alta capacidad de retención en sus poros.

### 3.2.2 Análisis MEB

La mejor muestra de zeolita sintetizada, fue caracterizada morfológicamente. Se observa en la Figura 4 que la zeolita presenta un tamaño aproximado de  $80\text{ }\mu\text{m}$  y posee una estructura sólida de superficie porosa.

### 3.2.3 Tamaño unidad de celda

El tamaño de la unidad de celda ( $a_0$ ) de la estructura del cristal de la faujasita resultó ser  $24,85\text{ \AA}$ , como se muestra en la Tabla 2, el mismo que está dentro de los rangos típicos de la zeolita estudiada ( $24,2 - 25,0\text{ \AA}$ ). Las Ecuaciones (7) y (8) son con las que se calculó este parámetro y son recomendadas por Guisnet y Ramoa, y que también se sugiere en la norma ASTM D3942 considerando los picos correspondientes a los Índices de miller ( $5\ 3\ 3$ ), ( $6\ 4\ 2$ ) y ( $5\ 5\ 5$ ).

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (7)$$

$$a_0 = [d_{hkl}^2 (h^2 + k^2 + l^2)]^{1/2} \quad (8)$$

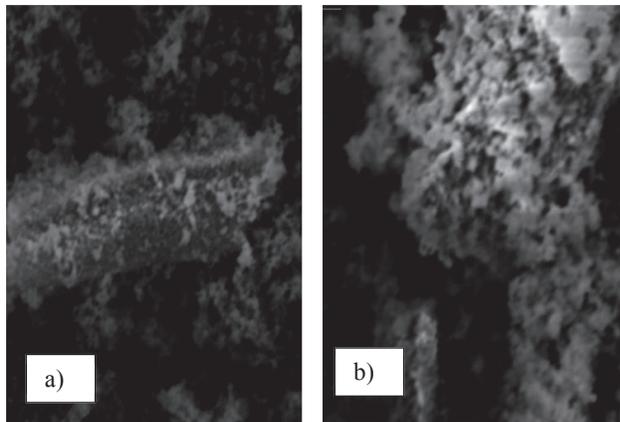


Figura 4. Microscopía electrónica de barrido realizado a una muestra de faujasita sintetizada. La imagen (a) corresponde a 800x mientras la imagen (b) a 1000x

En donde  $\lambda$  es la longitud de onda de la radiación de rayos X y tiene un valor de  $1,54 \text{ \AA}$  y  $d_{hkl}$  es la distancia de reflexión entre planos. Se aplicó la Ecuación (9) propuesta por Breck y Flanigen para calcular el número de átomos de aluminio presentes en la celda unidad, el mismo que resultó  $N_{Al} = 76$ .

$$N_{Al} = 115.2(a_0 - 24.191) \quad (9)$$

Guisnet y Ramoa sugieren la Ecuación (10) para el cálculo de la relación Si/Al, conociendo que el número de átomos total de silicio y aluminio que pueden formar la celda unidad es 192 (Guisnet y Ramoa, 2006).

$$\left(\frac{Si}{Al}\right) = \frac{192 - N_{Al}}{N_{Al}} \quad (10)$$

En función del tamaño de la unidad de celda la relación fue: Si/Al = 1,52. Este resultado es bueno ya que si compara la fórmula química del patrón utilizado ( $2Na \cdot 2Al \cdot 3.3Si \cdot 10.6O \cdot 7H_2O$ ) tiene una relación Si/Al = 1,65, valor que es semejante al obtenido con la Ecuación (9) (Si/Al = 1,52), además de que se mantiene por encima del valor 1,5; condición necesaria para decir que la zeolita sintetizada es de tipo Y.

### 3.3 Modificación por intercambio iónico de la zeolita tipo faujasita sintetizada

#### 3.2.3 Modificación de la zeolita con el catión amonio ( $NH_4^{1+}$ )

Los resultados de la cuantificación del ion  $NH_4^{1+}$  antes y después del proceso de intercambio iónico, analizado mediante un análisis de espectrofotometría en un equipo HACH se presentan en la Tabla 3.

El mejor resultado fue para un tiempo de contacto de 8 h, en el estudio se obtuvo un valor de migración del catión hacia la zeolita de 59,8 mg por gramo de zeolita. También se observó, que para el tiempo de 24 h, la presencia del ion en la solución aumentó, esto se debería a que según la Ecuación (2), el proceso de intercambio iónico es reversible y existiría una

Tabla 2. Parámetros utilizados en el cálculo de la unidad de celda.

| 20    | h | k | l | $\lambda$ (Å) | $d_{hkl}$ | $a_0$ (Å) | $a_0$ promedio (Å) |
|-------|---|---|---|---------------|-----------|-----------|--------------------|
| 23,70 | 5 | 3 | 3 | 1,54          | 3,74      | 24,58     | 24,85              |
| 26,90 | 6 | 4 | 2 | 1,54          | 3,31      | 24,77     |                    |
| 30,70 | 5 | 5 | 5 | 1,54          | 2,90      | 25,19     |                    |

desorción de los iones antes adsorbidos por la estructura zeolítica.

Se analizó la influencia de la relación solución-zeolita en el proceso de modificación por intercambio iónico, los resultados se observan en la Tabla 4, los mismos que se obtuvieron cuantificando el ion amonio presente en la solución de contacto.

En función de los parámetros establecidos para este estudio, se obtuvo una capacidad de intercambio iónico de 59,8 mg  $NH_4^{1+}$  por gramo de zeolita también se observó que la capacidad de adsorción no crece considerablemente, al aumentar la presencia de iones amonio en la solución. Resultados experimentales de investigaciones afines, han reportado valores de adsorción entre 4 y 80  $mg \cdot g^{-1}$  para zeolitas tipo FAU, por lo que lo obtenido en este estudio está dentro de rangos experimentales (Kučić, et al., 2012; Abdullaha y Hussin, 2016; Montégut, et al., 2015).

La adsorción del ion amonio se ajustó a la isoterma de Freundlich ( $R^2 = 0,97$ ), el valor de n fue 4,54 y la constante de Freundlich fue  $K_f = 7,09 \text{ mg} \cdot g^{-1}$ . El resultado de n al ser mayor que 1, implica que las condiciones experimentales de adsorción fueron favorables, valores semejantes de n en procesos de intercambio iónico con temperatura moderada, se obtuvo en investigaciones afines (Kučić, et al., 2012).

La constante de Freundlich presentó un valor alto en los resultados, indicando fuerte atracción entre el adsorbente y el adsorbato, esto debido a la afinidad del amonio hacia las zeolitas. La presencia del ion sodio en la solución de nitrato de amonio post modificación, como consecuencia de ser

Tabla 3. Resultados del análisis del ion amonio para distintos tiempos de contacto

| Tiempo (h) | Volumen ( $cm^3$ ) | $[NH_4^+]$ ( $mg \cdot L^{-1}$ ) | $NH_4^+$ (mg) | Remoción $NH_4^+$ /zeolita ( $mg \cdot g^{-1}$ ) |
|------------|--------------------|----------------------------------|---------------|--|
| 0          | 20                 | 18043,0                          | 360,8         | 0,00   |
| 4          | 20                 | 17741,5                          | 345,9         | 14,9   |
| 8          | 20                 | 15595,3                          | 300,9         | 59,8   |
| 24         | 20                 | 17200,0                          | 325,0         | 35,7   |

\*(T=60°C, [1M], 1g zeolita)

Tabla 4. Resultados del análisis del ion amonio para distintas relaciones solución/zeolita.

| $cm^3 \cdot g^{-1}$ | Concentración de amonio en la solución ( $mg \cdot L^{-1}$ ) | $NH_4^+$ removido por gramo de zeolita ( $mg \cdot g^{-1}$ ) |
|---------------------|--|--|
| 10                  | 13315,2  | 57,9   |
| 15                  | 15061,6  | 59,7   |
| 20                  | 15595,3  | 59,8   |

\*(T=60°C, t=8h, [1M], 1g zeolita)

desplazado de la estructura zeolítica, también se cuantificó mediante análisis de absorción atómica. Para poder hacer un estudio comparativo, se realizó la prueba utilizando 1g de zeolita a una relación de  $20 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ .

Los datos experimentales, mostraron 0,0017 moles de  $\text{Na}^{1+}$  removidos de la zeolita mientras que el aluminosilicato adsorbió 0,0033 moles de  $\text{NH}_4^{1+}$ . De modo que la zeolita adsorbió más moles  $\text{NH}_4^{1+}$  que las moles del ion  $\text{Na}^{1+}$  esto debido a que los iones adsorbidos, una parte fue para compensar los iones sodios salientes y otra debió ser adsorbida en los poros de la zeolita.

El difractograma de la zeolita modificada y posteriormente calcinada a  $400 \text{ }^\circ\text{C}$ , mostró que su estructura cristalina no fue alterada, de igual forma en los análisis FTIR se presenta las bandas características para zeolitas tipo faujasita, en función de los tetraedros estructurales.

### 3.2.2 Modificación de la zeolita con el catión lantano ( $\text{La}^{3+}$ )

La introducción de tierras raras a zeolitas tipo Y, ha permitido que este material se use en procesos catalíticos, constituyendo el componente activo en el catalizador del proceso de craqueo catalítico fluidizado (Gaare y Akporiaye, 1997).

En los resultados del análisis de la solución de contacto por medio de espectrometría de masas en un equipo ICP, se obtuvo una adsorción de  $15,6 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ,  $32,6 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$  y  $38,0 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$  para tiempos de 4, 8 y 24 h respectivamente. De modo que a un tiempo de 24 h se obtuvo un mayor intercambio iónico. Esto se explica ya que en un inicio el catión lantano adsorbido está presente en forma hidratada  $\text{La}(\text{H}_2\text{O})^{3+}$  ubicándose en la súper-caja, sin embargo como el proceso realizado es  $80 \text{ }^\circ\text{C}$ , el catión lantano sufre un proceso de deshidratación/desidroxilación, disminuyendo el radio atómico de la molécula y migrando hacia cavidades más pequeñas dentro de la estructura zeolítica. (Gaare, et al, 1997).

La faujasita modificada y posteriormente calcinada a  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  por 6 h, se envió a un análisis DRX, el mismo que por comparación de difractogramas, se observó el desplazamiento del pico  $2\theta = 11,86^\circ$  hacia la posición  $2\theta = 12,3^\circ$ , correspondiente a estructuras tipo X.

La introducción del catión lantano en la estructura de la zeolita, puede provocar niveles de pérdida de la estructura zeolítica inicial, esto debido a la fuerte electronegatividad del lantano respecto a otros cationes (Schüßler, 2013), como se observa en la Figura 5.

### 3.2.3 Análisis FTIR

La Figura 6 muestra los espectros FTIR obtenidos para la zeolita NaY sintetizada sin modificar (azul) y las zeolitas modificadas con los cationes amonio (rojo) y lantano (negro) respectivamente. La región espectral de estudio se definió en el rango de  $4000$  y  $400 \text{ cm}^{-1}$

La banda  $464 \text{ cm}^{-1}$  correspondió a vibraciones internas de los enlaces TO ( $T = \text{Si}, \text{Al}$ ), la misma que está presente en los tres espectros. El pico  $466 \text{ cm}^{-1}$  indicó la presencia de la supercaja en la estructura, la misma que está formada por anillos de 12 átomos, esta banda nos indicó que tanto la zeolita sin modificar y las zeolitas modificadas mantienen la estructura de una zeolita tipo Y (Gonghu, 2005).

Las bandas correspondientes a los picos  $760$  y  $1000 \text{ cm}^{-1}$  son asociados con los tetraedros  $\text{TO}_4$ , los mismos que en las zeolitas modificadas se observaron cambios en el ancho de las bandas, esto debido a la introducción de los cationes por intercambio iónico ( $\text{NH}_4$  y  $\text{La}^{3+}$ ) (Peter e Indrea, 2012).

Es notorio que únicamente en las zeolitas modificadas se observó las bandas  $1384$  y  $1400 \text{ cm}^{-1}$ , las mismas que corresponden a vibraciones de enlaces OH, creados por remoción del catión  $\text{Na}^+$ , también el espectro referido a la zeolita modificada con el amonio, presenta un doble pico en la banda  $1403 \text{ cm}^{-1}$ , esto es característico en zeolitas que han sido modificadas con amonio, debido a que aún hay presencia de enlaces H-N (Perra, et al. 2014; Gonghu, 2005). Todos los espectros presentaron el pico  $1639 \text{ cm}^{-1}$ , el mismo que corresponde a las moléculas de agua retenidas en las cavidades de la zeolita (Petit y Rondon, 2013).

Las bandas ubicadas en la región  $3444 - 3465 \text{ cm}^{-1}$  correspondieron a vibraciones de enlaces OH, atribuidos a moléculas de agua o procesos de intercambio iónico, comparando este pico entre los tres espectros, se observa un cambio en las áreas, lo que muestra una variación de las vibraciones OH correspondientes a las zeolitas modificadas (Akdenis, 2000). Algunas investigaciones experimentales, relacionan la ubicación de esta banda con los sitios ácidos de Lewis (Fioravanti, 2012).

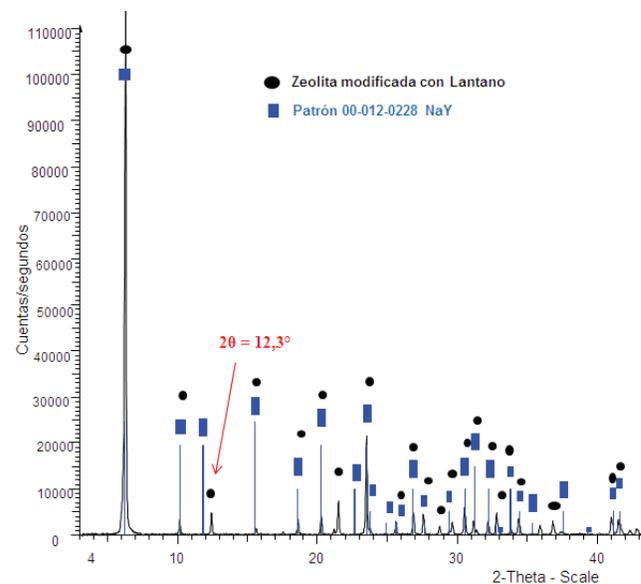


Figura 5. Difractograma de zeolita modificada con Lantano comparada con el patrón ICDD-PDF# 00-012-0228

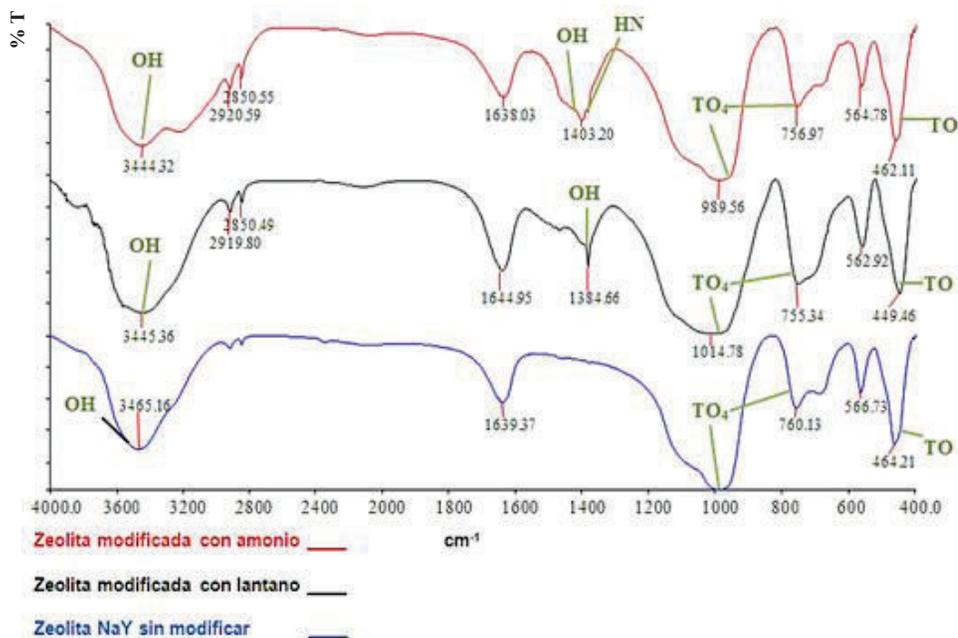


Figura 6. Espectros FTIR realizados a la zeolita sin modificar y a las zeolitas modificadas con amonio y lantano respectivamente

#### 4. CONCLUSIONES

Se obtuvo una zeolita con presencia de microporos de diámetros 11,76 Å y un área superficial para la zeolita de 874,5 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>, estos valores están dentro de los rangos para faujasitas orientadas a actividades catalíticas

En función del patrón al que se ajustó la zeolita sintetizada, la fórmula química es 2Na•2Al•3.3Si•10.6O•7H<sub>2</sub>O, siendo la relación Si/Al = 1,6; lo que implica que es una faujasita tipo Y.

Para las condiciones planteadas en este proceso el gel semilla tuvo una relación SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 12,26 mientras que el gel estructural SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 10,90, sin embargo no fue posible obtener una estructura tipo Na-FAU Para relaciones teóricas de SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> > 13

La temperatura de cristalización del gel semilla y el gel estructural fueron parámetros sensibles para obtener una zeolita tipo Y, no se obtuvieron los resultados esperados a temperaturas de cristalización superiores a 110 °C. Para este proceso, el cristalizar las soluciones a temperaturas entre 80 y 90 °C permitió obtener la zeolita tipo Y.

La zeolita obtenida en este estudio, tuvo una capacidad de absorción del ion amonio de 59,8 mg.g<sup>-1</sup> para las mejores condiciones (8 h y 20 cm<sup>3</sup>.g<sup>-1</sup>) y para el catión lantano se logró absorber 38 mg.g<sup>-1</sup> a condiciones óptimas (24 h, 50 cm<sup>3</sup>.g<sup>-1</sup>)

Los espectros FTIR, mostraron bandas relacionadas a agrupaciones de TO<sub>4</sub> (T = Si, Al) que forman la super caja

propia de una faujasita, este pico se localizó en 466 cm<sup>-1</sup>. De igual forma en los espectros de las zeolitas modificadas, se evidenció un aumento en el área de las bandas correspondientes a 760 y 1 000 cm<sup>-1</sup>, esto debido a la introducción de los cationes por intercambio iónico. La presencia de picos en la zona 3 444 - 3 465 cm<sup>-1</sup> advierte la posibilidad de tener una zeolita con sitios ácidos de Lewis.

#### 5. AGRADECIMIENTOS

Este estudio fue posible gracias al auspicio financiero del proyecto PIMI-1413 y a todo el apoyo brindado por el Departamento de Metalurgia Extractiva (DEMEX) de la Escuela Politécnica Nacional

#### 6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Abdullah N. y Hussin A., (2016), Exchange Ion Characteristics of Ammonium by Zeolite-HS. EJGE. Vol. 21 pp. 225-237.
- Akdeniz Yelda, (2000). Cation Exchange in Zeolites, Structure Modification by Using a Microwave. (Maestría). Izmir Institute of Technology, Turquía.
- American Society for Testing and Materials, ASTM. (2013). Estándar Test Method for Determination on the Unit Cell Dimension of a Faujasite Type Zeolite: ASTM D3942-03. Recuperado de <http://www.astm.org/standards/D3942.htm> (mayo, 2016).
- Arifuzzaman, G., Arafat, S., Reza, M., Abdur, s. y Shamsul, Md. (2010). Linde Type A Zeolite Synthesis and Effect of Crystallization on its Surface Acidity. Indian Journal of Chemical Technology, Vol 17, Julio 2010, pp. 303-308
- Auerbach, S., Carrado, K., and Dutta, K., (2003). Handbook of Zeolite Science and Technology. 1st ed. Marcel Dekker Inc., NY
- Breck, D. y Flanigen, E. (1968) Molecular Sieves, Society of chemical Industry, Londres 1968, 47.

- Calleja, A., (2009). La Importancia de las Zeolitas, Cuaderno del Tomas (1) pp. 211-227. Recuperado de: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=3760692>
- Cejka, J., Bekkum, J., Corma, A. y Schuth, F. (2007). Study in Surface Science and catalysis 168. Introduction to Zeolite Science and Practice, 3rd. Revised Edition, (pp. 39-104). Amsterdam, Holanda: Elsevier.
- Cundy C. y Cox P.. (2003). The Hydrothermal Synthesis of Zeolites: History and Development from the Earliest Days to the Present. Chemical Reviews, 103(3), 663-701. Recuperado de <http://pubs.acs.org/sci-hub.io/doi/abs/10.1021/cr020060i> (Noviembre, 2015).
- Fioravanti, L., (2012). FTIR Study of the Relation, between Extraframework Aluminum Species and the Adsorbed Molecular Water, and its Effect on the Acidity in ZSM-5 Steamed Zeolite, Materials Research. 2013; 16(4): 792-802, DOI: 10.1590/S1516-14392013005000044
- Frising, T. y Leflaive, P. (2007). Extraframework cation distributions in X and Y faujasite zeolites: A review. Microporous and Mesoporous Materials 114 (2008) 27–63
- Fuess, H. Klent, H., Hunger, M. (1995). Cation Location and Migration in Lanthanum-exchanged Zeolite by X-Ray Powder Diffraction and MAS NMR Spectroscopy. Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions. 91(12), 1813-1824. Recuperado de <http://itc-web.itc.uni-stuttgart.de/hunger/bilder/Paper53.pdf> (mayo, 2016).
- Gaare, K., Akporiaye, D., (1997). Effects of La Exchange on NaY and NaX Zeolites As Characterized by Si NMR. J. Phys. Chem. B 1997, 101, 48-54. Garcia, J., & Li, K., (2015) Mesoporous Zeolites, Preparation, characterization and Applications (1ra Ed.). Chennai, India.
- García J y Li K., (2015). Mesoporous Zeolites: Preparation, Characterization and Applications. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., Weinheim, Alemania.
- Gómez Martín Jose, (2001). Síntesis, Caracterización y Aplicaciones Catalíticas de Zeolitas Básicas, Doctor en ciencias químicas, Universidad Complutense de Madrid.
- Gonghu, Li, (2005). FT-IR studies of zeolite materials: characterization and environmental applications, Doctor in chemistry, University of Iowa.
- Guisnet, M. y Ramoa, F., 2006 Les Zéolithes: Un Nanomonde au Service de la Catalyse. (1ra. Ed.). Les Ulis, Francia: EDP Sciences.
- H. van Bekkum, E. Flanigen, P. Jacobs y J. Jansen, (2001), Studies in Surface and Catalysis 137
- Hidalgo, C., Itoh, H., Hattori, T., Niwa, M., Murakami, T. (1984). Measurement of the Acidity of Various Zeolites by Temperature-Programmed Desorption of Ammonia. Journal of Catalysis. 85(2), 362-369. Recuperado de <http://www.sciencedirect.com/sci-hub.io/science/article/pii/0021951784902252> (mayo, 2016).
- Huang, J., Jiang, Y., Reddy, V., Sang, Y., Weitkamp, J., Hunger, M., (1995). Solid-state Na, La, Al y Si Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopic Investigation of Cation Location and Migration in Zeolites LaNaY. Microporous Materials. 3(4-5), 497-510. Recuperado de <http://itc-web.itc.uni-stuttgart.de/hunger/bilder/Paper51.pdf> (Noviembre, 2015).
- Kabwadza, P., Wazingwa, M, (2014). Comparative Study of Copper Adsorptivity and Selectivity toward Zeolites, American Journal of Analytical Chemistry, 2014, 5, 395-405. Recuperado de: <http://dx.doi.org/10.4236/ajac.2014.57048>
- Karami D. y Rohani S., (2009), Synthesis of pure zeolite Y using soluble silicate, a two-level factorial experimental design. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification. 48 (2009) pp. 1288–1292.
- Karim, A., Shakir, I., Esgair, K. (2013). The Use of Prepared Zeolite Y from Kaolin for Fluid Catalytic Cracking of Vacuum Gas Oil. Journal of Engineering. 19(10), 1256-1270. Recuperado de <http://www.iasj.net/iasj?func=fulltext&id=78279> (mayo, 2016).
- Kučić, D., Markić, M., Briški, F., (2012). Ammonium Adsorption on Natural Zeolite (Clinoptilolite): Adsorption Isotherms and Kinetics Modeling, Faculty of Chemical Engineering and Technology, University of Zagreb, Croacia, ISSN 1848-0071
- Lutz, W., Enke, D., Einicke, W., Taschner, D. y Kurzhals, R. (2011). Mesopores in USY Zeolites. Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie, 636(15), 2532-2543.
- Macias, M., Ríos, C., Oviedo, J., Henao, J., (2012), A NaY Zeolite Synthesized from Colombian Industrial Coal by-Products: Potential Catalytic Applications. Catalysis Today 190(1):61. DOI: 10.1016/j.cattod.2012.02.025
- Maesen, L., van Veen, J., Cooper, D., van Vegchel, M., Gosselink, J. (2000). Synthesis and Characterization of Acidic High-Silica Faujasite-Type Gallosilicates. J. Phys. Chem. 104, 716-720
- Montégut G., Michelin, L., Brendlé, J., Lebeau, B., Patarin, J., (2015). Ammonium and Potassium Removal from Swine Liquid Manure using Clinoptilolite, Chabazite and Faujasite Zeolites. Journal of Environmental Management, 167 (2016) pp. 147-155.
- Perra, D., Drenchev, N., Chakarova, K., Cutrufello, M., Hadjiivanov, K., (2014), Remarkable acid strength of ammonium ions in zeolites: FTIR study of low-temperature CO adsorption on NH4FER, RSC Adv, 2014, 4, 56183. DOI: 10.1039/c4ra12504e.
- Peter, A., Indrea, E., (2012), Calcium - and ammonium ion-modification of zeolite amendments affects the metal-uptake of Hieracium piloselloides in a dose dependent way, Journal of Environmental Monitoring, August 2012, DOI: 10.1039/c2em30301a.
- Petit de Peña, Y., y Rondon, W., (2013), Linde Type a Zeolite and Type Y Faujasite as a Solid-Phase for Lead, Cadmium, Nickel and Cobalt Preconcentration and Determination Using a Flow Injection System Coupled to Flame Atomic Absorption Spectrometry. American Journal of Analytical Chemistry, 2013, 4, 387-397. doi:10.4236/ajac.2013.48049.
- Punyapalayakul, P., Soonglerdsongpha, S., Kanlayaprasit, Ch., Ngamcharusrivichai, Ch., Khaodhiar, S. (2009). Effects of Crystalline Structure and Surface Functional Groups on the Adsorption of Hoacetic Acids by Inorganic Materials. Journal of Hazardous Materials. 171(2009), 491-499.
- Ramesh, D. (1998), Acidity in Zeolites and their Characterization by Different Spectroscopic Methods. Indian Journal of Chemical Technology, Vol 5, 1998, pp. 109-123
- Robson, H. (2001). Verified Syntheses of Zeolitic Materials (2da. ed.). Amsterdam, Holanda: Elsevier.
- Roland E. y Kleinschmit P., (2005). Zeolites Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, vol. 39, 667-716. Recuperado de [http://onlinelibrary.wiley.com/sci-hub.io/doi/10.1002/14356007.a28\\_475/abstract](http://onlinelibrary.wiley.com/sci-hub.io/doi/10.1002/14356007.a28_475/abstract) (mayo, 2016).
- Ryan R., (2006), Surface and Nanomolecular Catalysis, Taylor & Francis Group (1ra ed.), Broken Sound Parkway, United States.
- Sami, M. (2013), The Role of Lewis and Brønsted Acidity for Alkane Activation over Zeolites. Tesis doctoral, Technische Universiteit Eindhoven, Países Bajos.
- Schübler, F., (2013). Impact of La<sup>3+</sup> cations in FAU type zeolites to hydride. (Disertación doctoral no publicada). Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Chemie der Technischen Universität
- Sherhan Bashir, (2011), The Effect of Modification Techniques on the Performance of Zeolite-Y Catalysts in Hydrocarbon Cracking Reactions.
- Sugunan, S. y Thomas, B. (2005). Effect of Rare Earth Metal Ion on the Structural and Textual Properties of NaFAU-Y Zeolite and Vapour Phase Alkylation of Benzene with 1-octene. Indian Journal of Chemical Technology. 12(6), 676-688. Recuperado de <http://nopr.niscar.res.in/bitstream/123456789/8691/1/IJCT%2012%206%29%20676-688.pdf> (mayo, 2016).

Wittayakun, J., Khemthong, P., Prayoonpokarach, S., (2007), Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica, Korean J. Chem. Eng., 25(4), 861-864 (2008).

Xu, R., Pang, W., Yu, J., Huo, Q. y Chen, J. (2007). Chemistry of Zeolites and Related Porous Materials: Synthesis and Structure. (1ra. ed.). Singapore: Wiley.

Yu Jihong. (2007). Synthesis of Zeolites. En Cejka, J., Bekkum, J., Corma, A. y Schuth, F. (Ed.). Study in Surface Science and catalysis 168. Introducti Introduction to Zeolite Science and Prectice, 3rd. Revised Edition, (pp. 39-104). Amsterdam, Holanda: Elsevier.

## **ANEXOS**

## ANEXO I

### FICHAS TÉCNICAS PARA LA OBTENCIÓN DE UNA ZEOLITA TIPO FAUJASITA

#### Ficha Técnica N° 1

Formulación del gel semilla para la muestra que se ajustó al patrón

ICDD-PDF# 00-012-0228

**Objetivo:** Formulación de gel semilla para síntesis de una zeolita tipo faujasita

**Tabla Al.1** Formulación para síntesis del gel semilla

| Reactivo                           | g     | Mol   | Na<br>(mol) | Si<br>(mol) | Al<br>(mol) |
|------------------------------------|-------|-------|-------------|-------------|-------------|
| NaAlO <sub>2</sub>                 | 2,00  | 0,024 | 0,024       | -           | 0,024       |
| NaOH                               | 8,14  | 0,203 | 0,203       | -           | -           |
| H <sub>2</sub> O                   | 68,40 | 3,977 | -           | -           | -           |
| Na <sub>2</sub> O-SiO <sub>2</sub> | 18,28 | 0,149 | 0,299       | 0,149       | -           |

**Tabla Al.2** Formulación reactivos precursores para cuantificación de las relaciones molares teóricas

| Reactivo                           | g     | mol   | Na<br>mol | Si<br>mol | Al<br>mol |
|------------------------------------|-------|-------|-----------|-----------|-----------|
| NaAlO <sub>2</sub>                 | 2,00  | 0,024 | 0,024     | -         | 0,024     |
| Na <sub>2</sub> O-SiO <sub>2</sub> | 18,28 | 0,149 | 0,299     | 0,149     | -         |
|                                    |       | Σ     | 0,323     | 0,149     | 0,024     |

\* NaOH no se considera como reactivo precursor, debido a que este actúa únicamente como medio de reacción

- Si/Al = 6,13
- Na/Al = 13,27
- Na/Si = 2,16

## Ficha Técnica N° 2

### Formulación del gel estructural para la muestra que se ajustó al patrón

ICDD-PDF# 00-012-0228

**Objetivo:** Formulación de gel estructural para síntesis de una zeolita tipo faujasita

**Tabla AI.3** Formulación para síntesis del gel estructural

| Reactivo                           | g      | mol   | Na (mol) | Si (mol) | Al (mol) |
|------------------------------------|--------|-------|----------|----------|----------|
| NaAlO <sub>2</sub>                 | 4,50   | 0,054 | 0,054    | -        | 0,054    |
| NaOH                               | 0,12   | 0,003 | 0,203    | -        | -        |
| H <sub>2</sub> O                   | 181,24 | 10,06 | -        | -        | -        |
| Na <sub>2</sub> O-SiO <sub>2</sub> | 36,61  | 0,300 | 0,600    | 0,300    | -        |

**Tabla AI.4** Formulación reactivos precursores para cuantificación de las relaciones molares teóricas

| Reactivo                           | g     | mol   | Na (mol) | Si (mol) | Al (mol) |
|------------------------------------|-------|-------|----------|----------|----------|
| NaAlO <sub>2</sub>                 | 4,5   | 0,054 | 0,054    | -        | 0,054    |
| Na <sub>2</sub> O-SiO <sub>2</sub> | 36,61 | 0,300 | 0,600    | 0,300    | -        |
|                                    |       | Σ     | 0,654    | 0,300    | 0,054    |

\* NaOH no se considera como reactivo precursor, debido a que este actúa únicamente como medio de reacción

- Si/Al = 5,46
- Na/Al = 11,92
- Na/Si = 2,18

### Ficha Técnica N° 3

Difractograma obtenido para formulación del gel semilla con relación

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 > 13$

**Muestra:** Síntesis de zeolita con relación Si/Al > 13 para el gel semilla

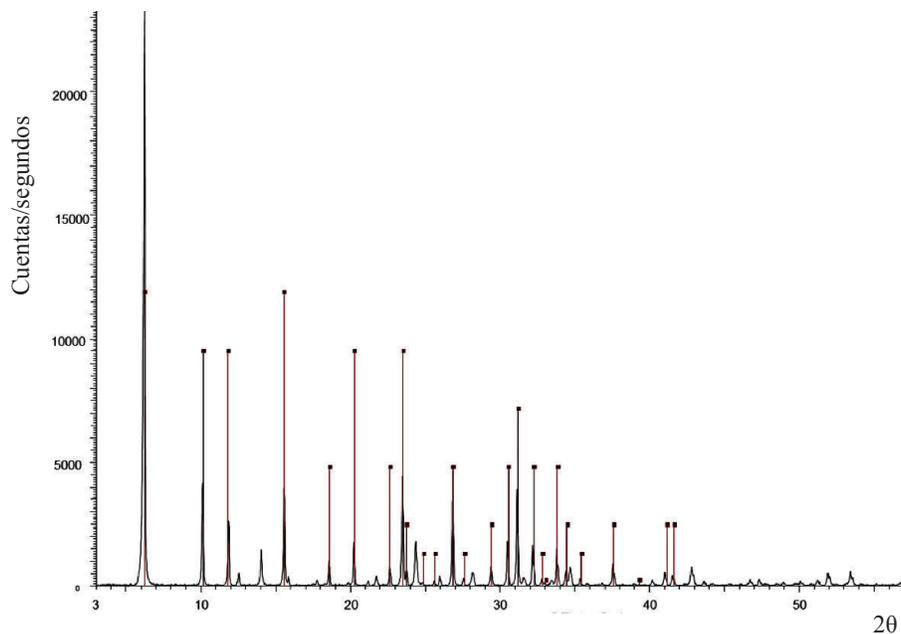
**Objetivo:** Determinar la formulación del gel semilla, mediante análisis DRX

**Condiciones:**

**Patrón:** ICDD-PDF# 00-012-0228

**Gel semilla:** T = 70 °C; t = 24 h;  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 13,4$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 14,4$ ;  
 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2,14$ .

**Gel estructural:** T = 90 °C; t = 48 h;  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 11,5$ ;  $\text{Na}_2\text{O} / \text{Al}_2\text{O}_3 = 12$ ;  
 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 1,5$ .



**Figura A1.1** Difractograma obtenido para formulación del gel semilla con relación

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 > 13$

## Ficha Técnica N° 4

### Difractograma obtenido en formulación de gel semilla para T = 90 °C

**Muestra:** Síntesis de zeolita con T = 90 °C para el gel semilla

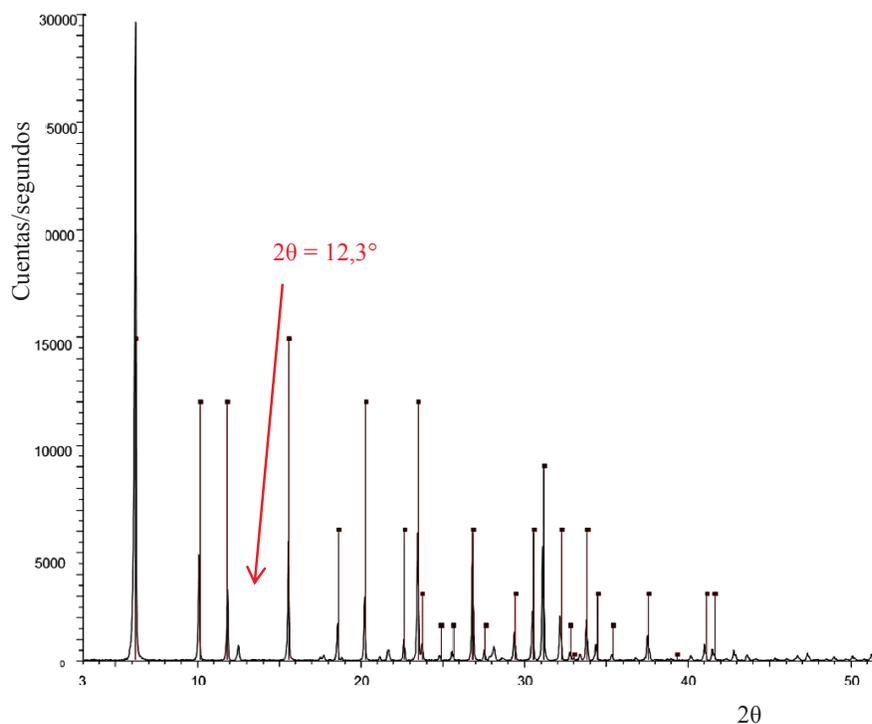
**Objetivo:** Determinar la formulación del gel semilla, mediante análisis DRX

**Condiciones:**

**Patrón:** ICDD-PDF# 00-012-0228

**Gel semilla:** T = 90 °C; t = 24 h;  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 11$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 12$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2$

**Gel estructural:** T = 90 °C; t = 48 h;  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 11,5$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 12$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 1,5$



**Figura A1.2** Difractograma obtenido en formulación de gel semilla para T = 90 °C

## Ficha Técnica N° 5

### Difractograma obtenido en formulación de gel semilla para T = 20 °C

**Muestra:** Síntesis de zeolita con T = 20 °C para el gel semilla

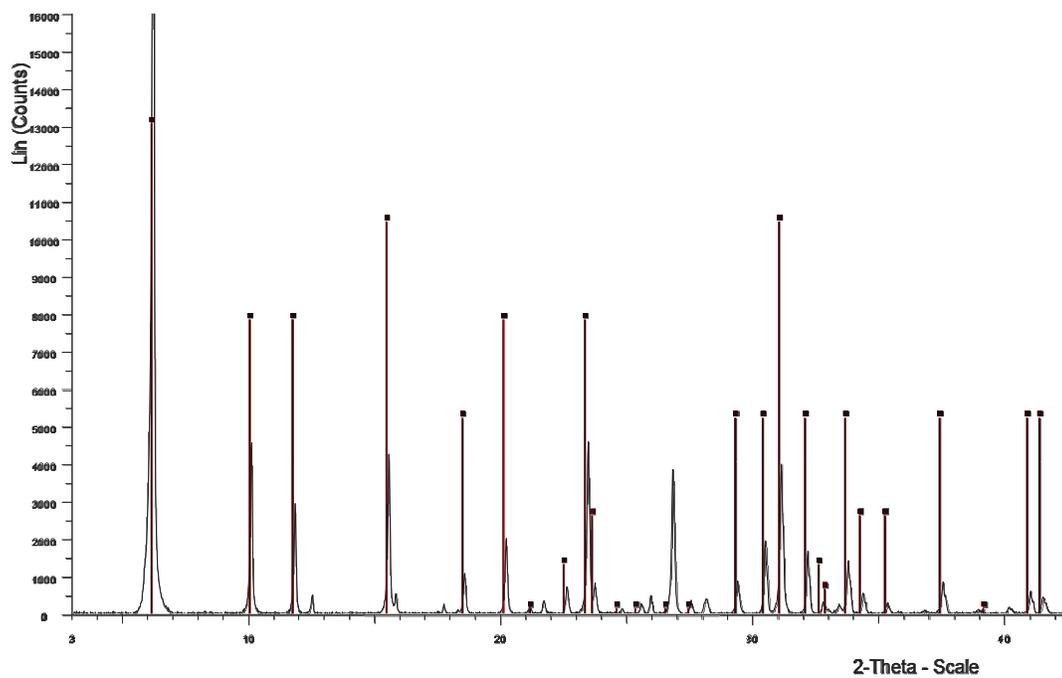
**Objetivo:** Determinar la formulación del gel semilla, mediante análisis DRX

**Condiciones:**

**Patrón:** ICDD-PDF# 00-012-0228

**Gel semilla:** T = 20 °C; t = 24 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 11; Na<sub>2</sub>O /Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 12; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2

**Gel estructural:** T = 90 °C; t = 48 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 11,5; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 12; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 1,5



**Figura A1.3** Difractograma obtenido en formulación de gel semilla para T = 20 °C

## Ficha Técnica N° 6

### Difractograma para condiciones de gel semilla que más se ajustaron al patrón

ICDD-PDF# 00-012-0228

**Muestra:** Zeolita sintetizada para condiciones de gel semilla que más se ajustaron al difractograma patrón ICDD-PDF# 00-012-0228

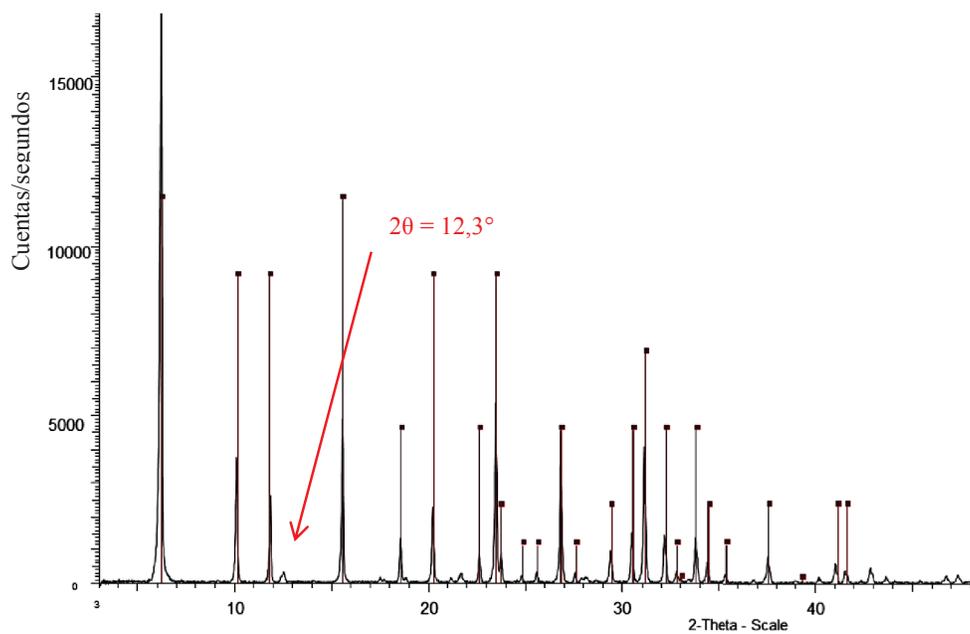
**Objetivo:** Determinar la formulación del gel semilla, mediante análisis DRX

**Condiciones:**

**Patrón:** ICDD-PDF# 00-012-0228

**Gel semilla:** T = 90 °C; t = 24 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 12,26; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 13,27; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,16

**Gel estructural:** T = 90 °C; t = 48 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 11,5; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 12; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 1,5



**Figura A1.4** Difractograma de muestra sintetizada para condiciones de gel semilla que más se ajustaron al difractograma patrón ICDD-PDF# 00-012-0228

## Ficha Técnica N° 7

**Difractograma para condiciones de gel estructural que más se ajustaron al patrón**

**ICDD-PDF# 00-012-0228**

**Muestra:** Muestra sintetizada a condiciones del gel estructural que más se ajustaron al difractograma patrón

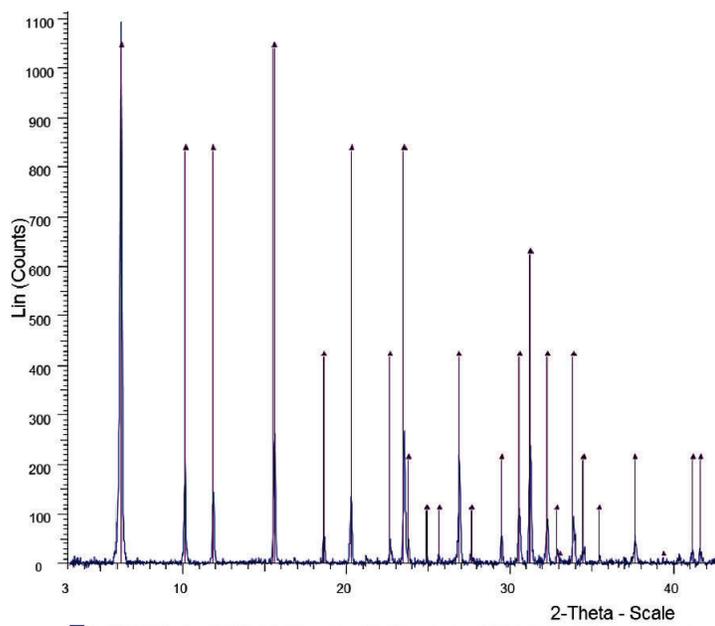
**Objetivo:** Determinar la formulación del gel estructural, mediante análisis DRX

**Condiciones:**

**Patrón:** ICDD-PDF# 00-012-0228

**Gel semilla:** T = 90 °C; t = 24 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 12,26; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 13,27; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,16

**Gel estructural:** T = 80 °C; t = 48 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 10,92; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 11,92; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,1



**Figura A1.5** Difractograma de muestra sintetizada a condiciones de gel estructural que más se ajustaron al difractograma patrón

## Ficha Técnica N° 8

### Difractograma obtenido para condiciones de gel estructural a temperatura de cristalización 110 °C

**Muestra:** Muestra obtenida para condiciones de gel estructural a temperatura de cristalización 110 °C

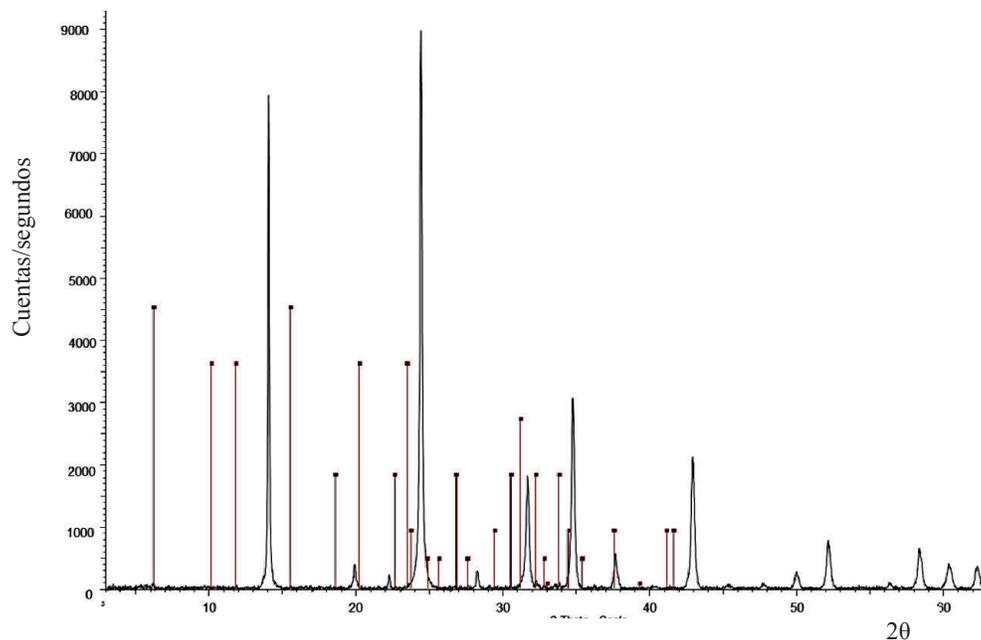
**Objetivo:** Determinar la formulación del gel estructural, mediante análisis DRX

**Condiciones:**

**Patrón:** ICDD-PDF# 00-012-0228

**Gel semilla:** T = 90 °C; t = 24 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 12,26; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 13,27; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,16

**Gel estructural:** T = 110 °C; t = 24 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 13,3; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 14,20; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,15



**Figura A1.6** Difractograma de muestra sintetizada para condiciones de gel estructural a temperatura de cristalización 110 °C

## Ficha Técnica N° 9

Difractograma obtenido a condición de gel estructural con relación

Si/Al = 13

**Muestra:** Muestra obtenida para condiciones de gel estructural con relación Si/Al = 13

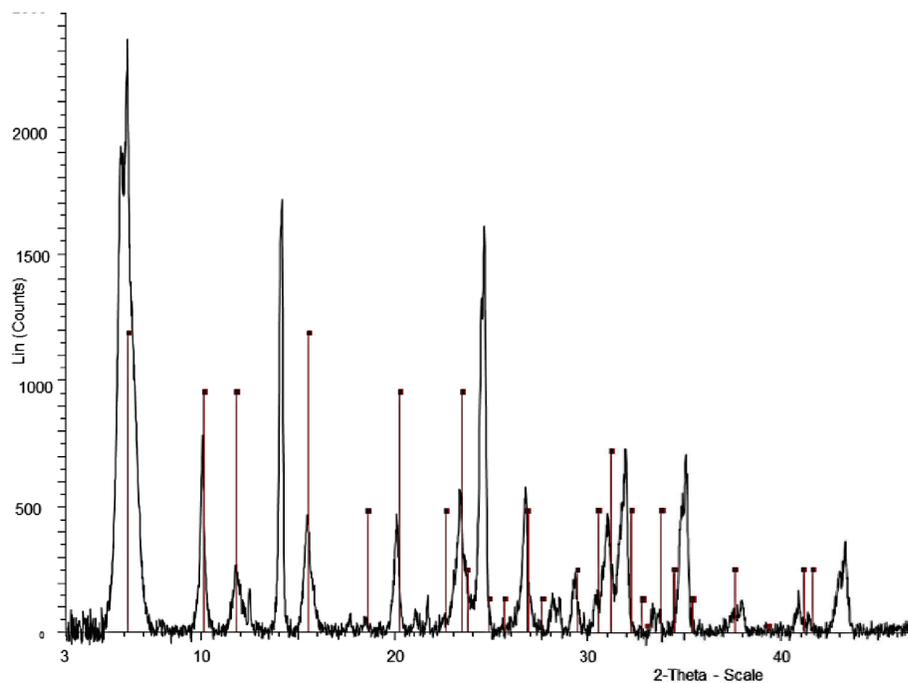
**Objetivo:** Determinar la formulación del gel estructural, mediante análisis DRX

**Condiciones:**

**Patrón:** ICDD-PDF# 00-012-0228

**Gel semilla:** T = 90 °C; t = 24 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 12,26; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 13,27; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,16

**Gel estructural:** T = 80 °C; t = 24 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 13; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 10,80; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,19



**Figura A1.7** Difractograma de muestra sintetizada para condición de gel estructural con relación Si/Al = 13

## Ficha Técnica N° 10

### Difractograma obtenido para condiciones de gel estructural con relación Si/Al = 12

**Muestra:** Muestra obtenida para condiciones de gel estructural con relación Si/Al = 12

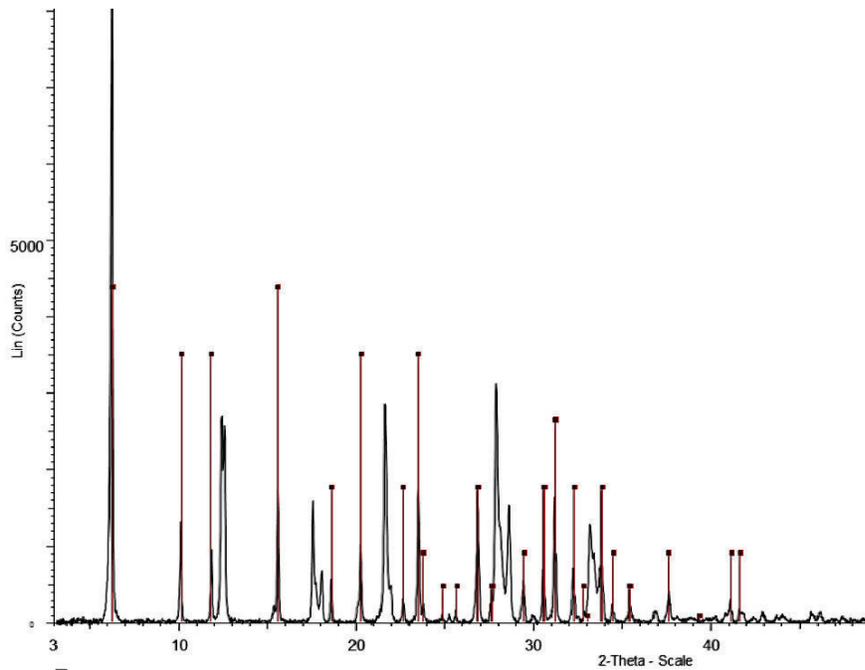
**Objetivo:** Determinar la formulación del gel estructural, mediante análisis DRX

**Condiciones:**

**Patrón:** ICDD-PDF# 00-012-0228

**Gel semilla:** T = 90 °C; t = 24 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 12,26; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 13,27; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,16

**Gel estructural:** T = 80 °C; t = 24 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 12,10; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 13,30; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,16



**Figura A1.8** Difractograma de muestra sintetizada para condiciones de gel estructural con relación Si/Al = 12

## Ficha Técnica N° 11

### Difractograma obtenido para condiciones de gel estructural a T = 90 °C

**Muestra:** Muestra obtenida para condiciones de gel estructural a temperatura de cristalización 90 °C

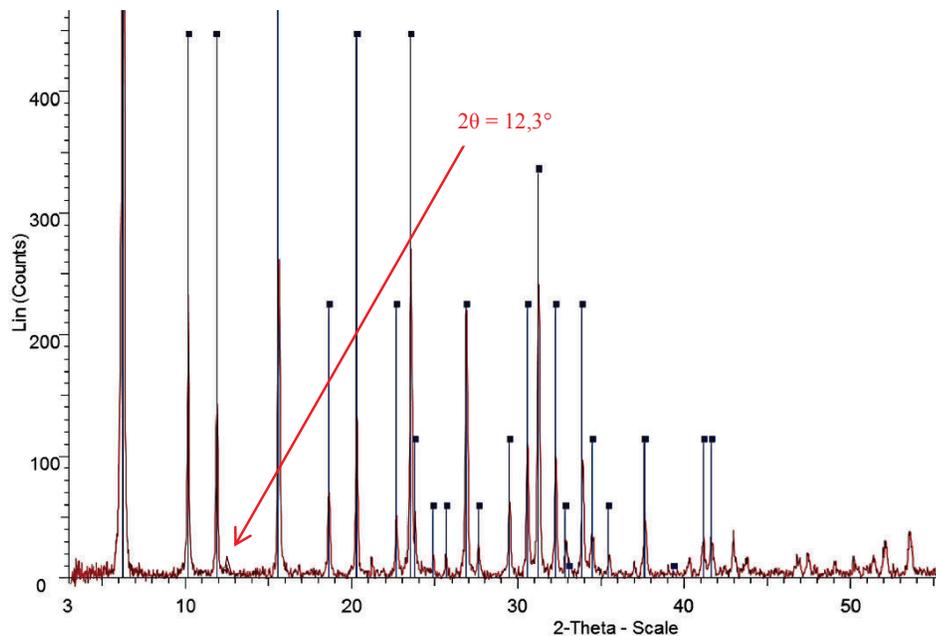
**Objetivo:** Determinar la formulación del gel estructural, mediante análisis DRX

**Condiciones:**

**Patrón:** ICDD-PDF# 00-012-0228

**Gel semilla:** T = 90 °C; t = 24 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 12,26; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 13,27; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,16

**Gel estructural:** T = 90 °C; t = 24 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 10,92; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 11,92; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,1



**Figura A1.9** Difractograma de muestra sintetizada para condiciones de gel estructural a temperatura de cristalización 90 °C

## Ficha Técnica N° 12

### Difractograma obtenido para condiciones de gel estructural a T = 100 °C

**Muestra:** Muestra obtenida para condiciones de gel estructural a temperatura de cristalización 100 °C

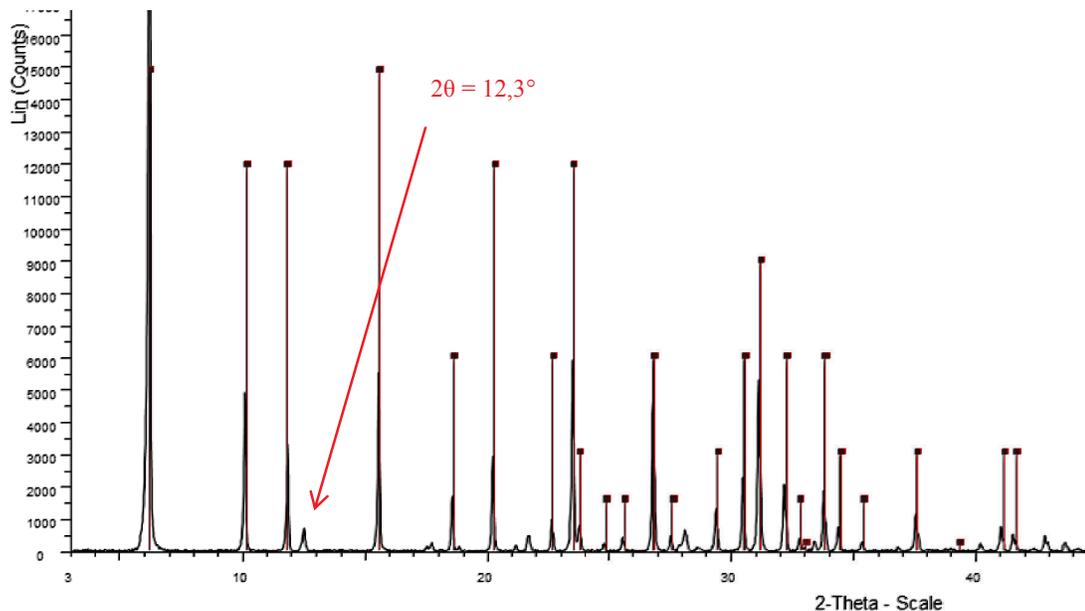
**Objetivo:** Determinar la formulación del gel estructural, mediante análisis DRX

**Condiciones:**

**Patrón:** ICDD-PDF# 00-012-0228

**Gel semilla:** T = 90 °C; t = 24 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 12,26; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 13,27; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,16

**Gel estructural:** T = 100 °C; t = 24 h; SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 10,92; Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 11,92; Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 2,1



**Figura A1.10** Difractograma de muestra sintetizada para condiciones de gel estructural a temperatura de cristalización 100 °C

## Ficha Técnica N° 13

### Difractograma de muestra sintetizada para condiciones de gel estructural a t = 24 horas

**Muestra:** Muestra obtenida para condiciones de gel estructural con t = 24 horas

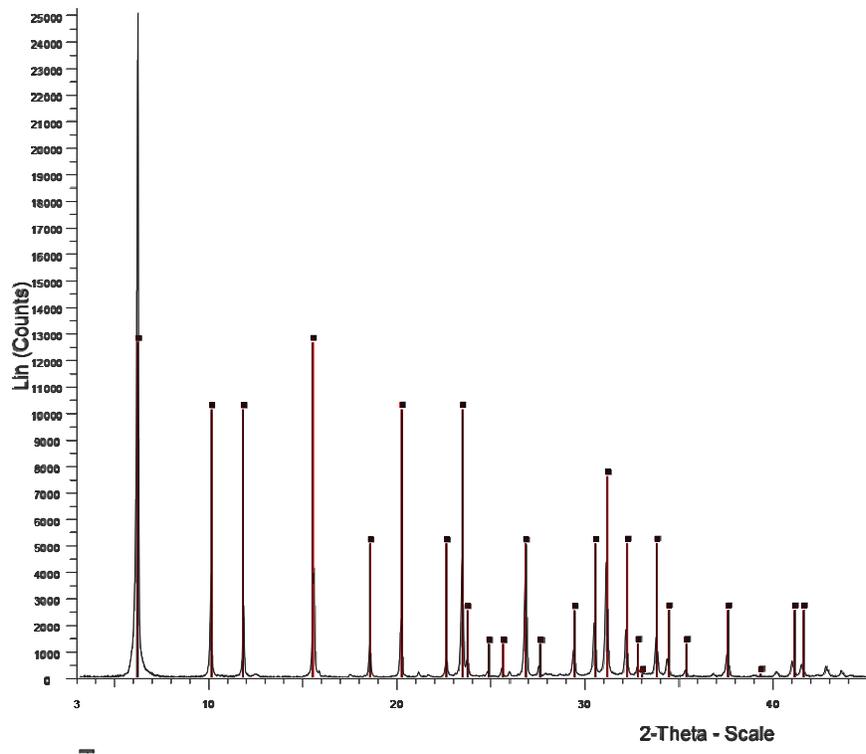
**Objetivo:** Determinar la formulación del gel estructural, mediante análisis DRX

**Condiciones:**

**Patrón:** ICDD-PDF# 00-012-0228

**Gel semilla:** T = 90 °C; t = 24 h;  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 12,26$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 13,27$ ;  
 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2,16$

**Gel estructural:** T = 80 °C; t = 24 h;  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 10,92$ ;  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 11,92$ ;  
 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 2,1$

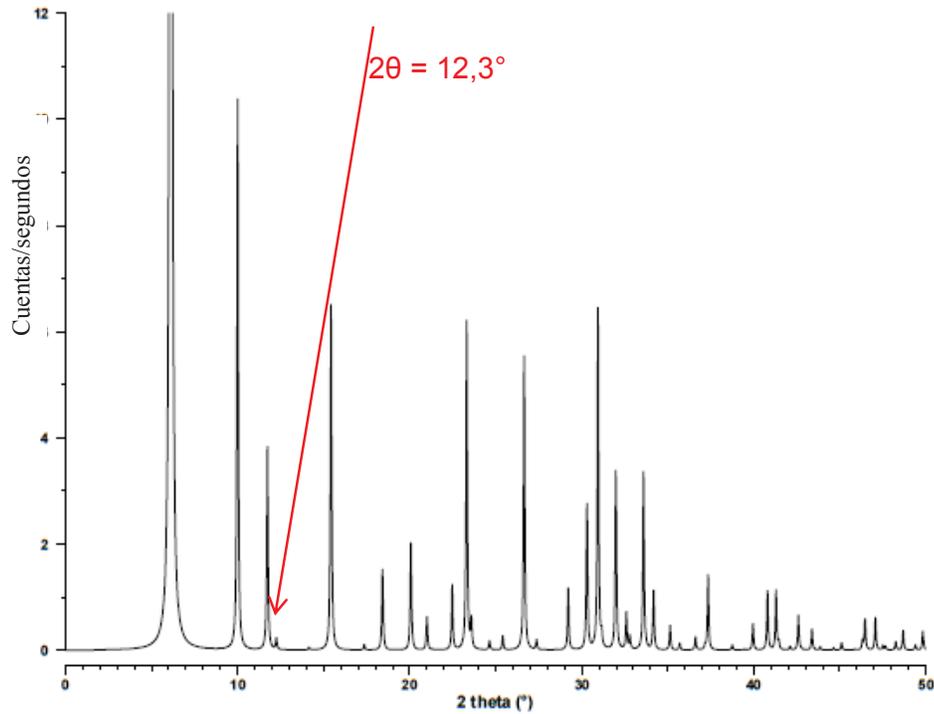


**Figura A1.11** Difractograma de muestra sintetizada para condiciones de gel estructural a tiempo de cristalización 24 horas

## Ficha Técnica N° 14

### Difractogramas zeolitas NaX

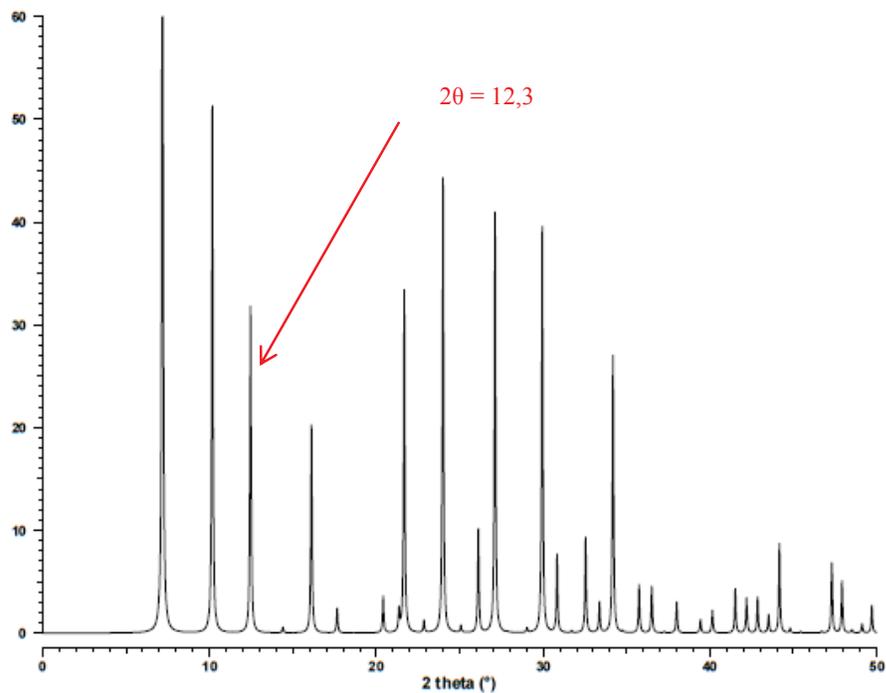
**Objetivo:** Difractogramas patrones de zeolitas NaX, donde se observa la presencia del ángulo  $2\theta = 12,3$



| <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | $2\theta$ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I<sub>rel</sub></i> | <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | $2\theta$ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I<sub>rel</sub></i> |
|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|------------------------|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|------------------------|
| 1        | 1        | 1        | 6.12      | 14.450   | 8        | 100.0                  | 6        | 6        | 0        | 30.30     | 2.950    | 12       | 1.0                    |
| 2        | 2        | 0        | 10.00     | 8.849    | 12       | 10.4                   | 8        | 2        | 2        | 30.30     | 2.950    | 24       | 1.7                    |
| 3        | 1        | 1        | 11.73     | 7.546    | 24       | 3.8                    | 7        | 1        | 5        | 30.94     | 2.890    | 24       | 0.4                    |
| → 2      | 2        | 2        | 12.25     | 7.225    | 8        | 0.2                    | 7        | 5        | 1        | 30.94     | 2.890    | 24       | 0.4                    |
| 3        | 3        | 1        | 15.43     | 5.742    | 24       | 6.5                    | 5        | 5        | 5        | 30.94     | 2.890    | 8        | 5.7                    |
| 4        | 2        | 2        | 17.36     | 5.109    | 24       | 0.1                    | 6        | 6        | 2        | 31.15     | 2.871    | 24       | 0.2                    |
| 3        | 3        | 3        | 18.42     | 4.817    | 8        | 0.3                    | 8        | 0        | 4        | 31.98     | 2.798    | 12       | 1.6                    |
| 5        | 1        | 1        | 18.42     | 4.817    | 24       | 1.3                    | 8        | 4        | 0        | 31.98     | 2.798    | 12       | 1.8                    |
| 4        | 4        | 0        | 20.07     | 4.424    | 12       | 2.0                    | 7        | 3        | 5        | 32.59     | 2.747    | 24       | 0.1                    |
| 5        | 3        | 1        | 21.00     | 4.231    | 24       | 0.6                    | 9        | 1        | 1        | 32.59     | 2.747    | 24       | 0.1                    |
| 6        | 2        | 0        | 22.47     | 3.957    | 12       | 1.1                    | 7        | 5        | 3        | 32.59     | 2.747    | 24       | 0.4                    |
| 6        | 0        | 2        | 22.47     | 3.957    | 12       | 0.2                    | 8        | 4        | 2        | 32.80     | 2.731    | 24       | 0.1                    |
| 5        | 3        | 3        | 23.31     | 3.817    | 24       | 6.2                    | 8        | 2        | 4        | 32.80     | 2.731    | 24       | 0.1                    |
| 6        | 2        | 2        | 23.58     | 3.773    | 24       | 0.5                    | 6        | 6        | 4        | 33.59     | 2.668    | 24       | 3.4                    |
| 4        | 4        | 4        | 24.64     | 3.612    | 8        | 0.2                    | 9        | 3        | 1        | 34.17     | 2.624    | 24       | 0.5                    |
| 5        | 5        | 1        | 25.41     | 3.505    | 24       | 0.2                    | 9        | 1        | 3        | 34.17     | 2.624    | 24       | 0.6                    |
| 6        | 2        | 4        | 26.65     | 3.345    | 24       | 2.4                    | 8        | 4        | 4        | 35.13     | 2.554    | 24       | 0.5                    |
| 6        | 4        | 2        | 26.65     | 3.345    | 24       | 3.2                    | 8        | 2        | 6        | 36.61     | 2.454    | 24       | 0.1                    |
| 7        | 3        | 1        | 27.37     | 3.258    | 24       | 0.1                    | 10       | 2        | 2        | 37.34     | 2.408    | 24       | 0.2                    |
| 7        | 3        | 3        | 29.21     | 3.058    | 24       | 1.2                    | 6        | 6        | 6        | 37.34     | 2.408    | 8        | 1.2                    |

**Figura A1.12** Difractograma de zeolita tipo NaX de fórmula





| <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | $2\theta$ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> <sub>rel</sub> | <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | $2\theta$ | <i>d</i> | <i>M</i> | <i>I</i> <sub>rel</sub> |
|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|----------|----------|----------|-----------|----------|----------|-------------------------|
| 2        | 0        | 0        | 7.18      | 12.305   | 6        | 100.0                   | 8        | 2        | 2        | 30.83     | 2.900    | 24       | 5.4                     |
| 2        | 2        | 0        | 10.17     | 8.701    | 12       | 51.3                    | 6        | 6        | 0        | 30.83     | 2.900    | 12       | 2.3                     |
| → 2      | 2        | 2        | 12,31     | 7.104    | 8        | 31.8                    | 6        | 6        | 2        | 31.70     | 2.823    | 24       | 0.2                     |
| 4        | 0        | 0        | 14.40     | 6.153    | 6        | 0.5                     | 8        | 4        | 0        | 32.54     | 2.751    | 24       | 9.3                     |
| 4        | 2        | 0        | 16.11     | 5.503    | 24       | 20.3                    | 8        | 4        | 2        | 33.37     | 2.685    | 48       | 3.0                     |
| 4        | 2        | 2        | 17.65     | 5.023    | 24       | 2.4                     | 6        | 6        | 4        | 34.18     | 2.623    | 24       | 27.1                    |
| 4        | 4        | 0        | 20.41     | 4.350    | 12       | 3.6                     | 9        | 3        | 1        | 34.77     | 2.580    | 48       | 0.1                     |
| 5        | 3        | 1        | 21.36     | 4.160    | 48       | 2.1                     | 8        | 4        | 4        | 35.75     | 2.512    | 24       | 4.7                     |
| 6        | 0        | 0        | 21.67     | 4.102    | 6        | 10.6                    | 10       | 0        | 0        | 36.51     | 2.461    | 6        | 4.1                     |
| 4        | 4        | 2        | 21.67     | 4.102    | 24       | 22.8                    | 8        | 6        | 0        | 36.51     | 2.461    | 24       | 0.4                     |
| 6        | 2        | 0        | 22.85     | 3.891    | 24       | 1.2                     | 10       | 2        | 0        | 37.26     | 2.413    | 24       | 0.1                     |
| 6        | 2        | 2        | 23.99     | 3.710    | 24       | 44.3                    | 10       | 2        | 2        | 38.00     | 2.368    | 24       | 1.6                     |
| 4        | 4        | 4        | 25.07     | 3.552    | 8        | 0.7                     | 6        | 6        | 6        | 38.00     | 2.368    | 8        | 1.4                     |
| 6        | 4        | 0        | 26.11     | 3.413    | 24       | 10.1                    | 8        | 6        | 4        | 39.43     | 2.285    | 48       | 1.0                     |
| 6        | 4        | 2        | 27.11     | 3.289    | 48       | 41.0                    | 10       | 4        | 0        | 39.43     | 2.285    | 24       | 0.3                     |
| 8        | 0        | 0        | 29.03     | 3.076    | 6        | 0.4                     | 10       | 4        | 2        | 40.14     | 2.247    | 48       | 2.2                     |
| 6        | 4        | 4        | 29.94     | 2.984    | 24       | 19.7                    | 8        | 8        | 0        | 41.51     | 2.175    | 12       | 4.3                     |
| 8        | 2        | 0        | 29.94     | 2.984    | 24       | 19.9                    | 10       | 4        | 4        | 42.19     | 2.142    | 24       | 3.4                     |

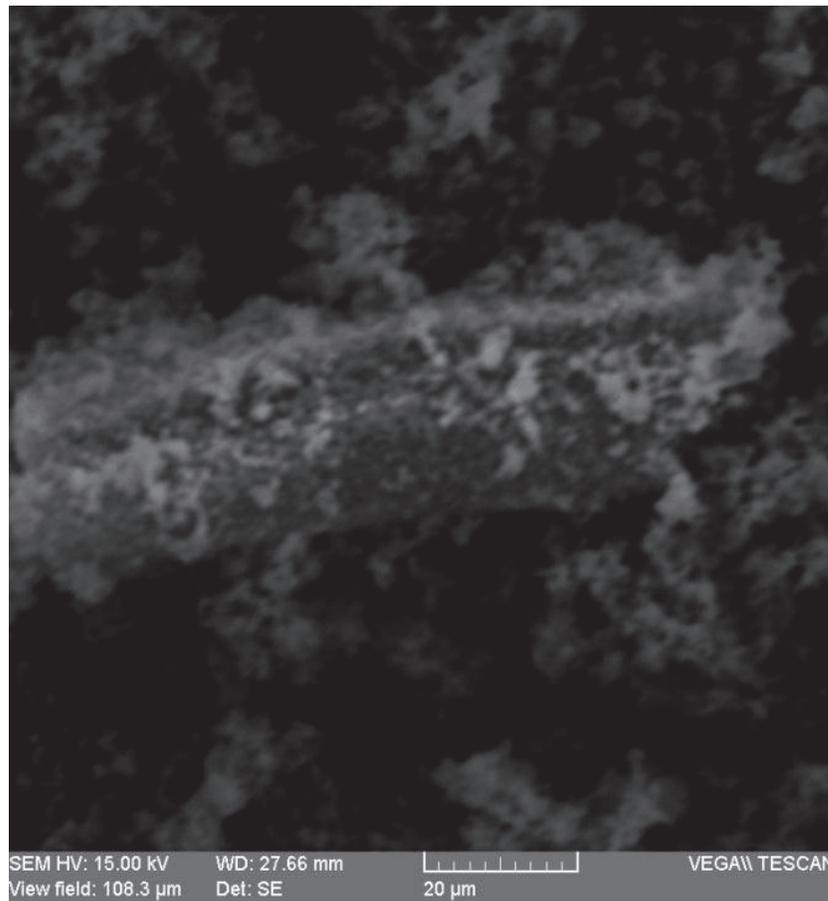
**Figura A1.13** Difractograma de zeolita tipo NaX de fórmula  
 $[\text{Na}_{96}(\text{H}_2\text{O})_{126}][\text{Si}_{96}\text{Al}_{96}\text{O}_{384}]$

## Ficha Técnica N° 15

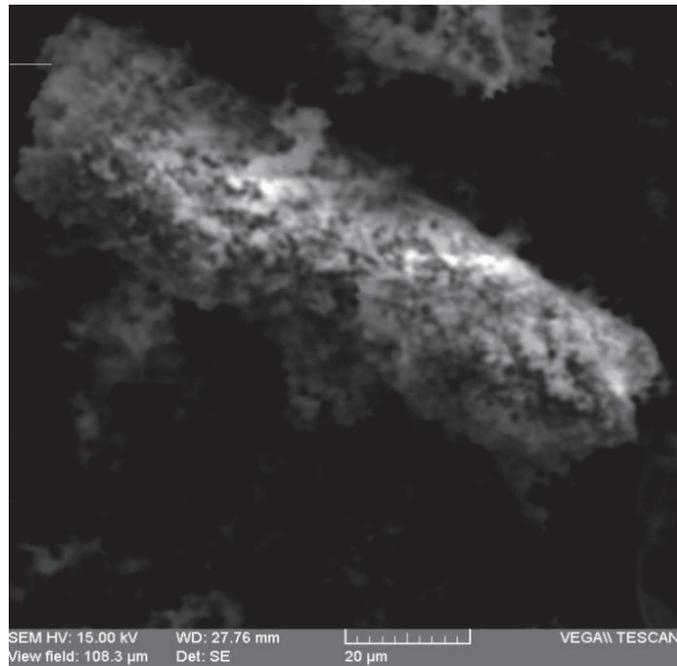
### Morfología de la zeolita sintetizada mediante análisis MEB

**Muestra:** Zeolita validada mediante DRX con el patrón ICDD-PDF# 00-012-0228

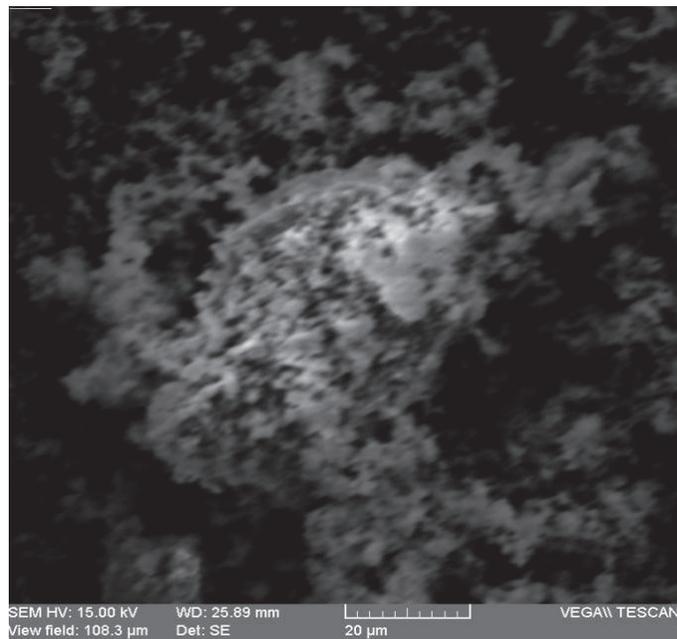
**Objetivo:** Análisis morfológico de la zeolita mediante microscopía electrónica de barrido



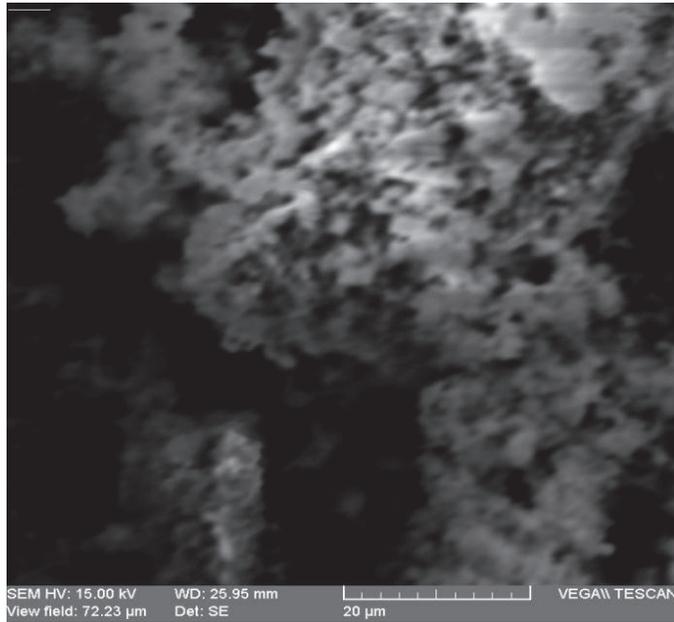
**Figura A1.14** Imagen de zeolita tipo FAU mediante análisis MEB, a 800 aumentos



**Figura A1.15** Imagen de zeolita tipo FAU mediante análisis MEB, a 800 aumentos



**Figura A1.16** Imagen de zeolita tipo FAU mediante análisis MEB, a 1 000 aumentos



**Figura A1.17** Imagen de zeolita tipo FAU mediante análisis MEB, a 1 000 aumentos

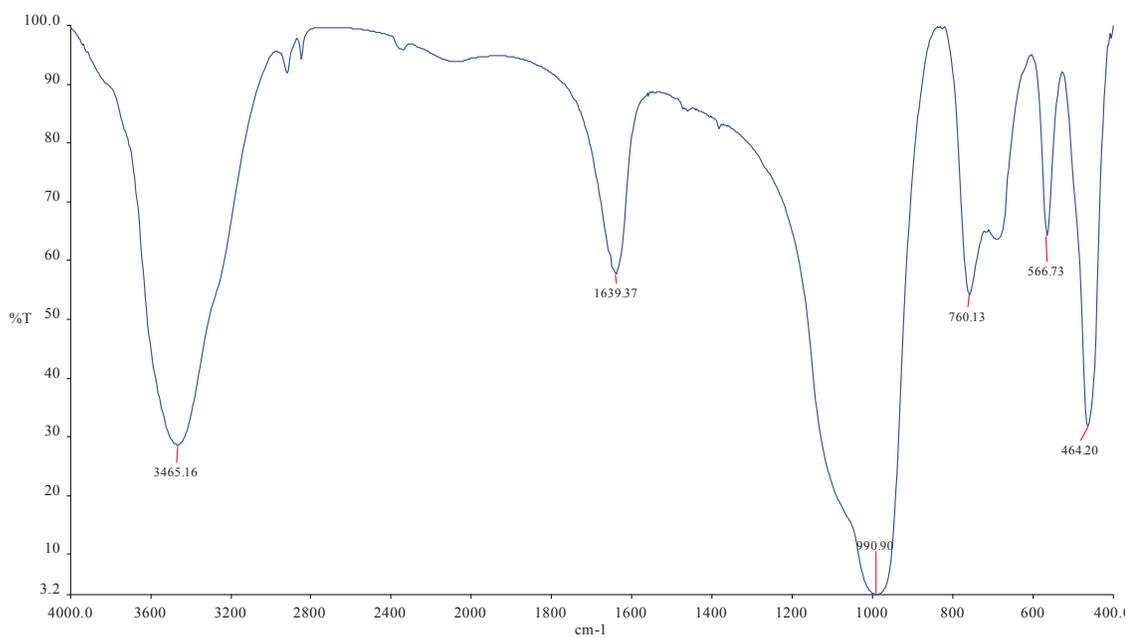
## Ficha Técnica N° 16

### Análisis FTIR para la zeolita sintetizada ajustada al patrón

ICDD-PDF# 00-012-0228

**Muestra:** Zeolita validada mediante el patrón ICDD-PDF# 00-012-0228

**Objetivo:** Obtener el espectro FTIR para la zeolita sintetizada.



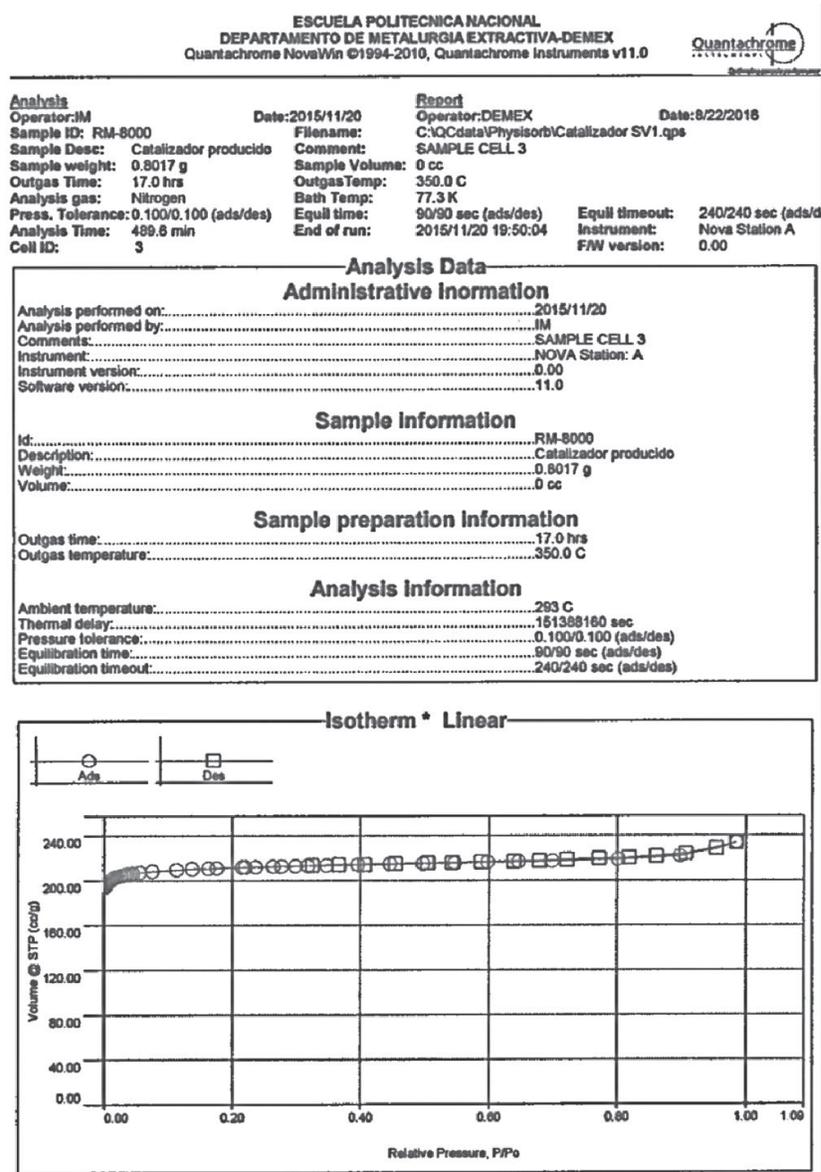
**Figura A1.18** Espectro FTIR para la zeolita tipo FAU sintetizada

# Ficha Técnica N° 17

## Análisis BET

**Muestra:** Zeolita validada mediante el patrón ICDD-PDF# 00-012-0228

**Objetivo:** Obtener tamaño de poro, volumen poro y el área específica



**Figura A1.19** Resultados análisis BET de zeolita sintetizada

**Analysis**  
 Operator:IM  
 Sample ID: RM-8000

Date:2015/11/20  
 Filename:

**Report**  
 Operator:DEMEX  
 Date:8/22/2016  
 C:\QCdata\Physisorb\Catalizador SV1.qps

**Volume/Area summary**

Surface Area Data

|  |                             |
|--|-----------------------------|
| MultiPoint BET.....                                | 8.745e+02 m <sup>2</sup> /g |
| BJH method cumulative desorption surface area..... | 1.353e+01 m <sup>2</sup> /g |
| DH method cumulative desorption surface area.....  | 1.378e+01 m <sup>2</sup> /g |
| t-method external surface area.....                | 1.474e+01 m <sup>2</sup> /g |
| t-method micropore surface area.....               | 8.598e+02 m <sup>2</sup> /g |
| NLDFT cumulative surface area.....                 | 1.000e+03 m <sup>2</sup> /g |

Pore Volume Data

|   |                |
|---|----------------|
| BJH method cumulative desorption pore volume..... | 3.764e-02 cc/g |
| DH method cumulative desorption pore volume.....  | 3.679e-02 cc/g |
| t-method micropore volume.....                    | 3.238e-01 cc/g |
| NLDFT method cumulative pore volume.....          | 3.233e-01 cc/g |

Pore Size Data

|   |               |
|---|---------------|
| BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r))..... | 1.725e+01 Å ✓ |
| DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....  | 1.725e+01 Å ✓ |
| NLDFT pore Radius (Mode).....                       | 5.888e+00 Å ✓ |

**Figura A1.20** Sumario de resultados de análisis BET

## ANEXO II

### FICHAS TÉCNICAS PARA LA MODIFICACION IONICA DE LA ZEOLITA

#### Ficha Técnica N° 18

#### Resultados de ensayos para adsorción del catión $\text{NH}_4^{1+}$ a condiciones de $20 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$

**Muestra:** Solución de nitrato de amonio para el proceso de intercambio iónico con la zeolita sintetizada

**Objetivo:** Adsorción del catión amonio, evaluado en distintos tiempos de contacto a una concentración definida

**Condiciones:**

**Adsorbente:** Zeolita tipo faujasita

**Adsorbato:** Catión amonio, en solución 1M de Nitrato de Amonio.

**Concentración inicial de Amonio:**  $18043 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$

**Temperatura:**  $60 \text{ }^\circ\text{C}$

**Tabla AII.1** Ensayo de adsorción del catión amonio mediante una zeolita, en una solución 1 M de  $\text{NO}_3$  y una relación de solución-zeolita de  $20 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$

| Tiempo (h) | $V_0$ (L) | m zeolita (g) | V filtrado (L) | V total (V filtrado+ V lavado) (L) | $[\text{NH}_4^+]$ análisis mg/L | $[\text{NH}_4^+]$ Real mg/L | $\text{NH}_4^+$ (mg) | Remoción $\text{NH}_4^+$ (mg) |
|------------|-----------|---------------|----------------|------------------------------------|---------------------------------|-----------------------------|----------------------|-------------------------------|
| 4          | 0,02      | 1             | 0,0195         | 0,124                              | 2790                            | 17741,5                     | 345,9                | 14,9                          |
| 8          | 0,02      | 1             | 0,0193         | 0,118                              | 2540                            | 15595,3                     | 300,9                | 59,8                          |
| 24         | 0,02      | 1             | 0,0189         | 0,126                              | 2580                            | 17200,0                     | 325,0                | 35,7                          |

## Ficha Técnica N° 19

### Resultados de ensayos para adsorción del catión $\text{NH}_4^{1+}$ a distintas relaciones de concentración

**Muestra:** Solución de nitrato de amonio para el proceso de intercambio iónico con la zeolita sintetizada

**Objetivo:** Adsorción del catión amonio, evaluado en distintas relaciones de solución – zeolita, a un tiempo definido.

**Condiciones:**

**Adsorbente:** Zeolita tipo faujasita

**Adsorbato:** Catión amonio, en solución 1M de Nitrato de Amonio.

**Concentración inicial de Amonio:**  $18043 \text{ mg.L}^{-1}$

**Temperatura:**  $60 \text{ }^\circ\text{C}$

**Tiempo:** 8 horas

**Tabla AII.2** Ensayo de adsorción del catión amonio mediante una zeolita, en una solución 1M de  $\text{NO}_3$  y un tiempo de contacto de 4 horas

| Relación $\text{cm}^3.\text{g}^{-1}$ | $V_0$ (L) | m zeolita (g) | V filtrado (L) | V total ( V filtrado+ V lavado) (L) | $[\text{NH}_4^+]$ análisis mg/L | $[\text{NH}_4^+]$ Real mg/L | $\text{NH}_4^+$ (mg) | Remoción $\text{NH}_4^+$ (mg) |
|--------------------------------------|-----------|---------------|----------------|-------------------------------------|---------------------------------|-----------------------------|----------------------|-------------------------------|
| 10                                   | 0,010     | 1             | 0,0090         | 0,070                               | 1750                            | 13315,2                     | 122,5                | 57,93                         |
| 15                                   | 0,015     | 1             | 0,0140         | 0,141                               | 1486                            | 15061,6                     | 210,8                | 59,78                         |
| 20                                   | 0,020     | 1             | 0,0193         | 0,118                               | 2540                            | 15595,3                     | 300,9                | 59,87                         |

## Ficha Técnica N° 20

### Resultados de ensayos de intercambio iónico del catión $\text{NH}_4^{1+}$ por el catión $\text{Na}^{1+}$

**Muestra:** Solución de nitrato de amonio, con presencia de  $\text{Na}^{+1}$ , para el proceso de intercambio iónico con la zeolita sintetizada

**Objetivo:** desorción del catión sodio, en una solución de nitrato de amonio.

**Condiciones:**

**Adsorbente:** Zeolita tipo faujasita, con  $\text{Na}^{+}$  en su estructura

**Adsorbato:** Catión amonio, en solución 1M de Nitrato de Amonio.

**Temperatura:** 60 °C

**Concentración:** 20  $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$

**Tiempo:** 8 horas

**Tabla AII.3** Ensayo de desorción del catión  $\text{Na}^{+}$  de una zeolita, en una solución 1 M de  $\text{NO}_3$  y una relación de solución-zeolita de 20  $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$

| Muestra | $V_0$<br>(L) | $[\text{Na}^{+}]$<br>análisis<br>mg/L | $\text{Na}^{+}$<br>(mg) | mol $\text{Na}^{+}$<br>(mg) |
|---------|--------------|---------------------------------------|-------------------------|-----------------------------|
| Blanco  | 0,02         | 0,17                                  | 0,003                   | $1.5 \times 10^{-7}$        |
| Sol 8h  | 0,04         | 974                                   | 38,96                   | 0,0017                      |

## Ficha Técnica N° 21

### Isotermas de Freundlich

**Muestra:** Solución de nitrato de amonio para el proceso de intercambio iónico con la zeolita sintetizada

**Objetivo:** Estudio de la adsorción del ión amonio mediante isotermas de Freundlich

**Condiciones:**

**Adsorbente:** Zeolita tipo faujasita

**Adsorbato:** Cation amonio, en solución 1 M de Nitrato de Amonio.

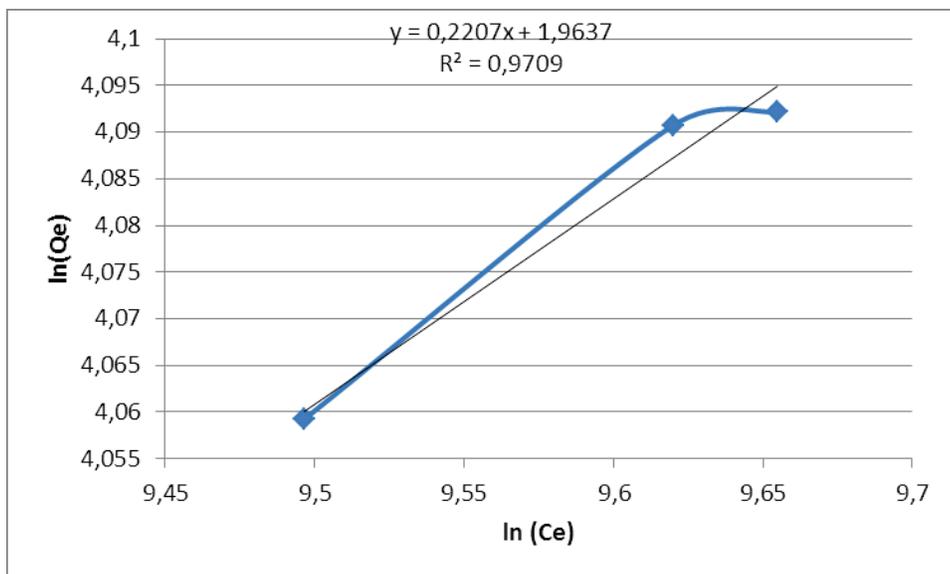
**Concentración inicial de Amonio:** 18043 mg.L<sup>-1</sup>

**Temperatura:** 60 °C

Tiempo: 8 horas

**Tabla AII.4** Parámetros del modelo de las isotermas de Freundlich, aplicados al ión amonio, para 1 g de zeolita.

| Solución/zeolita<br>cm <sup>3</sup> .g | [NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> ]<br>análisis<br>mg/L | NH <sub>4</sub> <sup>+</sup><br>adsorbida<br>Real<br>mg/g | NH <sub>4</sub> <sup>+</sup><br>(mg) | n    | Kf<br>mg.g-1 | R <sup>2</sup> |
|--|---|---|--------------------------------------|------|--------------|----------------|
| 10                                     | 13315.2   | 57.93   | 345.9                                | 4.54 | 7.09         | 0.97           |
| 15                                     | 15061.6   | 59.78   | 300.9                                |      |              |                |
| 20                                     | 15595.3   | 59.87   | 325.0                                |      |              |                |



**Figura AII.1** Isoterma de Freundlich,  $\ln(Ce)$  vs  $\ln(q_e)$

## Ficha Técnica N° 22

### Resultados de ensayos de adsorción del catión lantano

**Muestra:** Zeolita modificada con lantano por medio de intercambio iónico

**Objetivo:** Adsorción del catión lantano, evaluado en distintas relaciones de solución – zeolita, a un tiempo definido.

**Condiciones:**

**Adsorbente:** Zeolita tipo faujasita

**Adsorbato:** Catión lantano, en solución 0.5 M de Nitrato de lantano.

**Concentración inicial de Lantano:** 35527,7 mg.L<sup>-1</sup>

**Temperatura:** 80 °C

**Tabla AII.5** Ensayo de adsorción del catión lantano mediante una zeolita, en una solución 0.5 M de La(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, y con relación de solución-zeolita de 50 cm<sup>3</sup>.g<sup>-1</sup>

| t (h) | V <sub>0</sub> (L) | m (g) | V <sub>1</sub> (L) | V <sub>t</sub> (L) | [La <sup>3+</sup> ] análisis mg/L | [D1] mg.L <sup>-1</sup> | [D2] mg.L <sup>-1</sup> | [La <sup>3+</sup> ] <sub>R</sub> mg/L | La <sup>3+</sup> (mg) | Remoción La <sup>3+</sup> (mg) |
|-------|--------------------|-------|--------------------|--------------------|-----------------------------------|-------------------------|-------------------------|---------------------------------------|-----------------------|--------------------------------|
| 4     | 0,05               | 1     | 0,046              | 0,115              | 91,87                             | 459,33                  | 15310,83                | 35214,9                               | 1760,7                | 15,64                          |
| 8     | 0,05               | 1     | 0,047              | 0,143              | 73,17                             | 365,83                  | 12194,16                | 34875,3                               | 1743,7                | 32,62                          |
| 24    | 0,05               | 1     | 0,046              | 0,140              | 74,5                              | 372,50                  | 12416,66                | 34766,6                               | 1738,3                | 38,05                          |

#### Nomenclatura

[D1] = Concentración de lantano en dilución 1, en 5:25 mL

[D2] = Concentración de lantano en dilución 2, en 3:100 mL

[La<sup>3+</sup>]<sub>R</sub> = Concentración final de lantano (20 mL)

m= Masa de zeolita

V<sub>1</sub> = Volumen de filtrado

V<sub>t</sub> = Volumen total, (V filtrado +V lavado)

## Ficha Técnica N° 23

### Difractograma de zeolita modificada con amonio

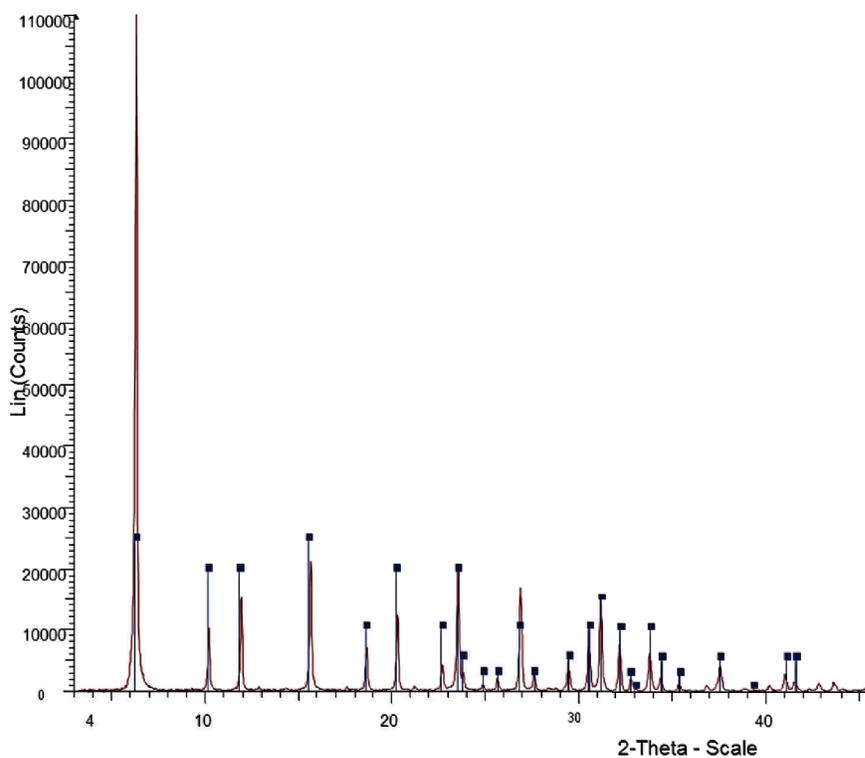
**Muestra:** Zeolita modificada con amonio por medio de intercambio iónico

**Objetivo:** comparación entre difractograma de zeolita modificada con difractograma patrón.

**Condiciones:**

**Patrón:** ICDD-PDF# 00-012-0228

**Adsorbente:** muestra de zeolita modificada con amonio



**Figura AII.2** Difractograma de zeolita modificada con amonio

## Ficha Técnica N° 24

### Difractograma de zeolita modificada con lantano

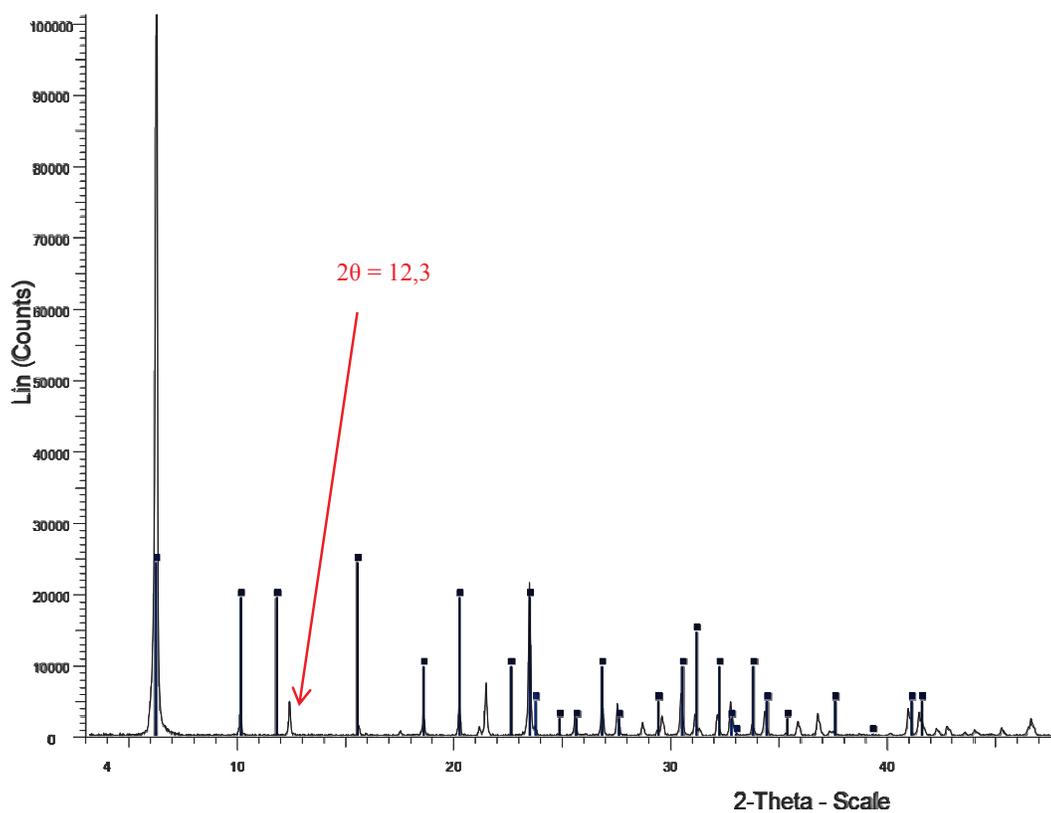
**Muestra:** Zeolita modificada con lantano por medio de intercambio iónico

**Objetivo:** Comparación entre difractograma de zeolita modificada con difractograma patrón.

**Condiciones:**

**Patrón:** ICDD-PDF# 00-012-0228

**Adsorbente:** Muestra de zeolita modificada con lantano



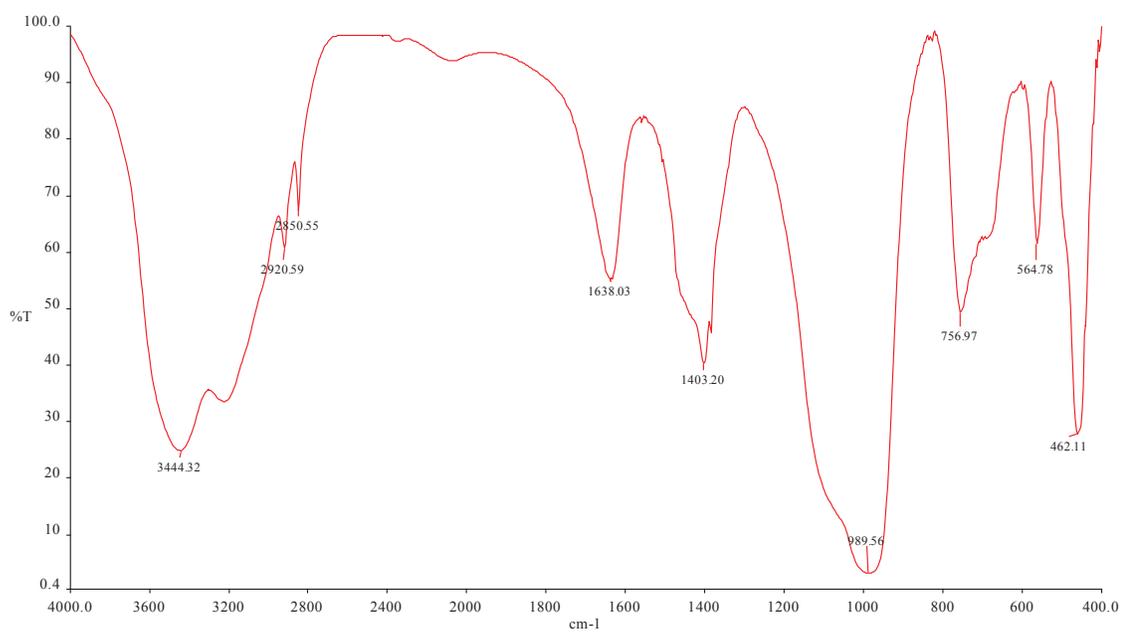
**Figura AII.3** Difractograma de zeolita modificada con lantano

## Ficha Técnica N° 25

### Análisis FTIR para la zeolita modificada con amonio

**Muestra:** Zeolita modificada con amonio por medio de intercambio iónico

**Objetivo:** Obtener el espectro FTIR para la zeolita modificada con Amonio.



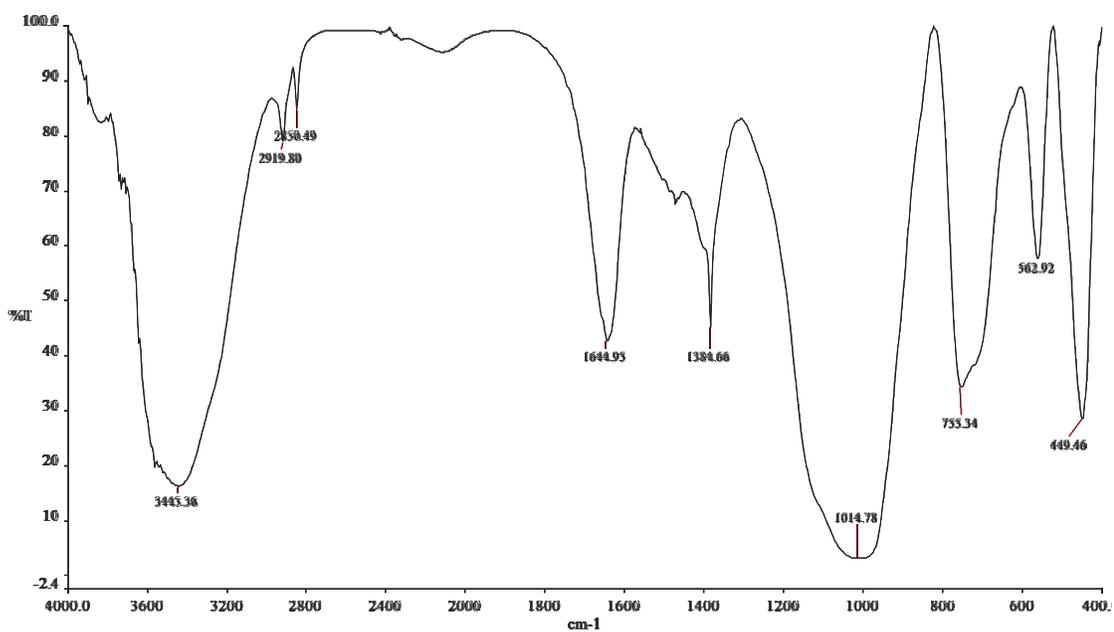
**Figura AII.4** Espectro FTIR para una zeolita modificada con amonio

## Ficha Técnica N° 26

### Análisis FTIR para la zeolita modificada con lantano

**Muestra:** Zeolita modificada con Lantano por medio de intercambio iónico

**Objetivo:** Obtener el espectro FTIR para la zeolita modificada con Lantano.



**Figura AII.5** Espectro FTIR para una zeolita modificada con Lantano