



SUBSECRETARÍA DE EDUCACIÓN SUPERIOR TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TUXTLA GUTIÉRREZ



## **INFORME TÉCNICO** DE RESIDENCIA PROFESIONAL.

### INGENIERÍA QUÍMICA.

Presenta:

Pérez González Arturo.

### Nombre del proyecto:

Desarrollo de materiales funcionales a partir de residuos para la captura de CO<sub>2</sub>

### Periodo de realización:

Agosto-Diciembre 2016

Asesores: Ing, Leonardo Gómez Gutiérrez. Dr. Samuel Enciso Saenz Ing. David Teco López



#### Agradecimientos.

- A mis padres, que sin su apoyo jamás podría aspirar a alcanzar mi título como ingeniero. Su apoyo y guía ha logrado formar en mí una persona con metas y valores.
- Al instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez, en donde me dieron las herramientas durante 4 años para formar las bases de un ingeniero con la capacidad de generar un cambio en su entorno, siendo responsable y comprometido con el bien de la sociedad.
- Al Dr. Fabricio Espejel Ayala, el cual me dio la oportunidad de realizar mi estadía dentro de las instalaciones del CIDETEQ, lo que permitió ampliar mis conocimientos y dar comienzo a la siguiente etapa de aprendizaje.



#### Resumen.

Ante la necesidad de desarrollar un material capaz de captar gases de efecto invernadero (como el dióxido de carbono) por su impacto negativo al planeta, se adapta el proceso de síntesis de materiales porosos adsorbentes a partir de un residuo rico en aluminosilicato (material cristalino que permite la formación de material con poros microscópicos). Para dar pie a la formación de un material microporoso y un material mesoporoso capaz de reducir la concentración de CO<sub>2</sub> generados por la industria.



ÍNDICE.		
Capitulo.1	Preliminares.	
1.1.	Portada	.1
1.2.	Agradecimientos	2
1.3.	Resumen	.3
1.4.	Índice	.4
Capitulo.2	Generalidades del proyecto.	
2.1.	Introducción	.8
2.2.	Empresa y área de trabajo	.9
2.2.1.	Ubicación de la empresa	9
2.2.2.	Antecedentes	.9
2.2.3.	Visión1	0
2.2.4.	Misión	10
2.2.5.	Valores1	0
2.2.6.	Productos y servicios que ofrecen1	1
2.2.7.	Infraestructura de la empresa1	11
2.2.8.	Área de trabajo del alumno1	1
2.3.	Problemática a resolver1	2
2.4.	Objetivos.	
2.4.1.	Objetivo generales	13
2.4.2.	Objetivos específicos	13
2.5.	Justificación14	1
Capitulo.3	Marco teórico.	
3.1.	Material poroso	16
3.1.1.	Clasificación1	6
3.2.	Material microporoso	17
3.2.1.	Antecedentes	17
3.2.1.1.	Zeolitas	17
3.2.1.2.	Clasificación de las zeolitas	18
3.2.1.3.	Usos industriales de las zeolitas	20
3.2.2.	Zeolitas naturales	21
3.2.3.	Zeolitas sintéticas	23
3.2.4.	Técnica de síntesis de la Zeolita "Y"	25
3.2.4.1.	Envejecimiento de la muestra	25
3.2.4.2.	Tratamiento hidrotermal	25
3.2.4.3.	Lavados del sedimento solido2	?6
3.2.4.4.	Secado del producto2	?6
3.3.	Material mesoporoso2	26
3.3.1.	Antecedentes	26
3.3.2.	Técnica de síntesis del material "SBA-15"	27
3.2.2.1.	Formación de la solución base	27
3.2.2.2.	Envejecimiento de la solución2	28
3.2.2.3.	Tratamiento hidrotermal	28
3.2.2.4.	Lavados del sedimento solido2	28
3.2.2.5.	Secado del producto29	)



	3.4.	Gases de efecto invernadero	29
	3.4.1.	Efecto invernadero	29
	3.4.2.	Gases de efecto invernadero	30
	3.4.2.1.	Emisión de dióxido de carbono	.30
	3.4.2.2.	Tecnologías de captura de dióxido de carbono	31
,	3.5.	Técnicas de caracterización	33
	3.5.1.	Difracción de "rayos X"	33
	3.5.2.	Microscopia electrónica de barrido	34
Cap	oitulo.4	Desarrollo.	
-	4.1.	Procedimiento experimental	37
	4.1.1.	Pre-tratamiento del residuo.	37
	4.1.1.1.	Fusión de la muestra	37
	4.1.2.	Síntesis de la zeolita tipo "Y"	38
	4.1.2.1.	Envejecimiento de la muestra	38
	4.1.2.2.	Tratamiento hidrotermal	38
	4.1.2.3.	Lavados de sedimento solido	.39
	4.1.2.4.	Secado del producto	39
	4.1.3.	Síntesis del material "SBA-15"	40
	4.1.3.1.	Formación de la solución base	40
	4.1.3.2.	Envejecimiento de la solución	40
	4.1.3.3.	Tratamiento hidrotermal	41
	4.1.3.4.	Lavados del sedimento solido	41
	4.1.3.5.	Secado del producto	41
	4.1.4.	Técnicas de caracterización	42
	4.1.4.1.	Difracción de" rayos X"	42
	4.1.4.2.	Microscopia electrónica de barrido	.42
	4.2.	Descripción de las actividades realizadas	43
	4.2.1.	Cronograma de actividades	.43
	4.2.2.	Experimentaciones realizadas	43
Cap	oitulo.5	Resultados.	
	5.1.	Observación en la fase experimental	48
	5.2.	Resultados en difracción de rayos X	.50
	5.3.	Resultados en microscopia electrónica de barrido	53
Cap	oitulo.6	Conclusiones del proyecto.	
	6.1.	Conclusiones	62
	6.1.1.	Conclusiones en la sintesis de la "zeolita Y"	62
	6.1.2.	Conclusiones de la síntesis del material "SBA-15"	.63
	6.2.	Recomendaciones	63
Cap	pitulo.7	Competencias desarrolladas.	
-	7.1.	Lista de competencias desarrolladas y/o aplicadas	65
Cap	oitulo.8	Fuentes de informacion.	~-
	8.1.	Fuentes bibliograficas	67
	8.2.	Fuentes virtuales	69
Cap	oitulo.9	Anexos.	
	9.1.	Carta de presentacion	./2
	9.2.	Carta de aceptación	./3
	9.3.		/4



#### Índice de tablas.

Tabla 1. Clasificación del material por dimensiones de poro	16
Tabla 2. Clasificación de los silicatos	18
Tabla 3. Clasificación de las zeolitas en función de su estructura cristalina	19
Tabla 4. Clasificación de las zeolitas en función del poro	20
Tabla 5. Usos industriales de las zeolitas	20
Tabla 6. Clasificación de entornos naturales para la formación de zeolitas	22
Tabla 7. Características estructurales de la <sup>"</sup> zeolita Y"	25
Tabla 8. Características estructurales del material "SBA-15"	27
Tabla 9. Fuente de los gases de efecto invernadero	30
Tabla 10. Tecnologías de captura de CO <sub>2</sub>	31
Tabla 11. Cronograma de actividades	43
Tabla 12. Características experimentales de cada muestra	43
Tabla 13. Observaciones de la fase experimental	48
Tabla 14. Caracterización por "rayos X"	50
Tabla 15. Perfil de muestra en Microscopia Electrónica de Barrido	53
Tabla 16. Porcentaje másico de las muestras caracterizadas	.58

#### Índice de imágenes.

Figura 1. Croquis de ubicación del CIDETEQ	9
Figura 2. Unidad tetraédrica, "ión ortosilacato	17
Figura 3. Curva de cristalización de una zeolita	24
Figura 4.Datos sobre la emisión del dióxido de carbono	.31
Figura 5. Esquema de la difracción de los rayos X por los planos de un cristal	33
Figura 6. Esquema del funcionamiento del microscopio electrónico de barrido	35
Figura 7. Esquema del perfil en una muestra para SEM	.35
Figura 8. Esquema del procedimiento: Fusión de la muestra	.37
Figura 9. Esquema del procedimiento: Síntesis de "zeolita Y"	38
Figura 10. Esquema del procedimiento: Síntesis del material "SBA-15"	40
Figura 11. Esquema del procedimiento: Caracterización del material sintetizado	.42



## Capitulo.2 Generalidades del propecto.





#### 2.1. Introducción.

Debido a la enorme dependencia de la sociedad hacia los combustibles de origen fósil y al crecimiento industrial no sustentable, se ha desarrollado diversos impactos negativos al entorno natural, del cual resalta la emanación de gases de efecto invernadero, siendo el dióxido de carbono el gas de mayor preocupación debido a su creciente concentración en la atmosfera.

En las instalaciones del Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica (CIDETEQ), dentro del laboratorio de fisicoquímica de medio ambiente el cual trabaja con materiales porosos que tengan la capacidad de captar diversos gases contaminantes atmosféricos, usando como modelo los materiales porosos que se encuentran en la naturaleza (como las zeolitas).

Con la finalidad de continuar con el trabajo desarrollado en el CIDETEQ en materiales porosos adsorbentes de gases contaminantes, se pretende desarrollar materiales sintéticos capaces de captar CO<sub>2</sub> (u otros gases contaminantes) tomando como base la "zeolita tipo Y" y el material "SBA-15", con la diferencia que durante la síntesis de dichos materiales se pretende utilizar un residuo industrial rico en aluminosilicatos (compuesto que permite el desarrollo de material poroso cristalino) con el fin de darle un uso secundario que no provoque el efecto invernadero.

#### 2.2. Empresa y área de trabajo.

#### 2.2.1 Ubicación de la empresa.

El Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica (CIDETEQ) es un centro de Investigación ubicado en el parque Tecnológico Querétaro San Fandila, Pedro Escobedo Querétaro, CP. 76703.





#### 2.2.2. Antecedentes.

El 26 de septiembre de 1991, fue creado como una sociedad civil con el propósito de ser un Centro Público de Investigación, con el reto de responder a la necesidad de vinculación entre industriales e investigadores.

Desde sus inicios, el CIDETEQ ha sido líder en la investigación y el desarrollo de tecnología en electroquímica, además proporciona diversos servicios a la industria; tales como análisis de metales, corrosión, análisis de aguas, caracterización de materiales y análisis de fallas.



Actualmente, el CIDETEQ se especializa en desarrollar proyectos y servicios de alto valor agregado a través de sus tres áreas estratégicas: Procesos, Ambiente y Materiales.

Una vez que se consideró, que los investigadores y el propio CIDETEQ como institución, alcanzaban la madurez suficiente, en 1998 se iniciaron los trabajos para que en abril de 1999 se atendiera a la primera generación de Maestros en Ciencias y Doctores en Electroquímica. Además, desde marzo de 2003, los estudiantes mexicanos tienen una opción más de estudio para obtener su grado de maestría o doctorado en ciencia y tecnología con orientación en Ingeniería Ambiental.

#### 2.2.3 Visión.

Lograr el liderazgo en investigación y conocimientos tecnológicos, así como, en la formación de talento humano en electroquímica y medio ambiente, para incrementar la competitividad y productividad de nuestros clientes, dirigiendo nuestros esfuerzos a los sectores público, privado y académico, con presencia a nivel nacional.

#### 2.2.4 Misión.

Ser un Centro Público de Investigación reconocido por la pertinencia de sus soluciones tecnológicas y la formación de sus egresados motivado por la vanguardia en las investigaciones y mezcla de productos rentables, el crecimiento y mejora de sus procesos de manera continúa que permiten cumplir totalmente con los requisitos de nuestros clientes.

#### 2.2.5 Valores.





#### 2.2.6. Productos y servicios que ofrecen.



CIDETEQ Proporciona diversos servicios a la industria, actualmente, se especializa en desarrollar proyectos y servicios de alto valor agregado a través de sus tres áreas estratégicas: Procesos, Ambiente y Materiales.

#### 2.2.7. Infraestructura de la empresa.

En el área donde se desarrolla el presente trabajo, se tiene acceso a la siguiente infraestructura:



#### 2.2.8. Área de trabajo del alumno.

Laboratorio de fisicoquímica de medio ambiente, bajo el asesoramiento del Dr. Fabricio Espejel Ayala. Investigador asociado B-CIDETEQ.

El laboratorio tiene como objetivo la implementación de procesos de valoración de residuos para el mejoramiento del medio ambiente.

Las instalaciones cuentan con los siguientes equipos:

- Balanza analítica.
- Bomba de vacío.
- Campana de extracción.
- Desecador.
- Horno de secado.
- Mufla.
- Parrilla magnética.
- Potenciómetro.
- Puente de energía.
- Recirculador.



#### 2.3. Problemática a resolver.

- Determinar el proceso de síntesis para formar "zeolita Y" y material "SBA-15", a partir de residuos industriales ricos en silicio.
- Definir las variables de síntesis modificadas para formar el material adsorbente de interés a partir del residuo industrial.
- Localizar los materiales capaces de formar los compuestos adsorbentes con la capacidad de captar la molécula de CO2.



#### 2.4. Objetivos.

#### 2.4.1. Objetivo generales.

Determinar las condiciones de síntesis para la formación de "zeolita Y" y material "SBA-15" al utilizar residuo industrial con alto contenido de silicio.

#### 2.4.2. Objetivos específicos.

- Caracterizar el residuo destinado para el proceso de síntesis del material poroso adsorbente.
- Identificar como se adaptan las variables del proceso de síntesis al usar el residuo caracterizado.
- Adaptar las variables de síntesis para formar "zeolita Y" a partir del residuo rico en silicio.
- Adaptar las variables de síntesis para formar material "SBA-15" a partir del residuo rico en silicio.



#### 2.5. Justificación.

Los materiales porosos adsorbentes en la actualidad son de gran interés debido a sus diversas aplicaciones industriales, desde absorbente de material contaminante en flujo de fluidos industriales, como en procesos de separación de mezcla de gases, hasta procesos catalíticos en la industria petroquímica. Por ello el desarrollo de procesos sintéticos generadores de estos materiales requiere ser cada vez más económico, siendo el uso de residuos industriales una solución para lograr este fin.

Existe una diversidad de residuos industriales adecuados para la formación de material adsorbente, aquellos que contengan material con estructura cristalina (como los aluminosilicatos) resultan idóneos para la formación de adsorbentes porosos. Por lo anterior, el proceso de síntesis a desarrollar debe de considerar las características del residuo y la manera en que afectará al proceso de cristalización, el cual es clave durante la síntesis del adsorbente.

La principal problemática al sintetizar material poroso, es la adecuación de la técnica para así permitir el uso de residuos llenos de impurezas, por lo que este trabajo busca determinar las variables afectadas durante la síntesis y su modificación para conseguir formar adsorbentes porosos.

Cabe destacar que el proceso sintético a desarrollar puede generar material capaz de absorber gases de efecto invernadero, siendo el dióxido de carbono el punto de partida para seleccionar aquellos idóneos para este cometido.



# Capitulo.3 Alarco teórico.





#### 3.1. Material poroso

Muchos adsorbentes se caracterizan por su distribución del tamaño de sus poros. Esta distribución se determina mediante análisis, utilizando métodos como por ejemplo, la isoterma de adsorción de nitrógeno.

Un medio poroso se define como aquel material compuesto por dos fases: una matriz solida y en su interior un sistema de poros que pueden o no estar interconectados entre sí. Estos últimos presentan una estructura geométrica variable, tamaños y topología diversa, y características que están en función de su origen de formación.

La porosidad presente en un medio poroso se define como la fracción de su volumen ocupado por los poros, y esta puede ser medida por diversos métodos, como por ejemplo: medir el volumen total del material y mediante compactación, determinar la diferencia de volúmenes al remover los espacios internos de los poros, o de manera más detallada, mediante la isoterma de adsorción de un gas. Una de las características más importantes del material poroso es su área superficial, el cual se define como el área intersticial de la superficie de los poros por unidad de masa. Esta característica determina la capacidad de adsorción del sólido, debido a que es en esta superficie en donde interacciona el adsorbente con el adsorbato.

En un medio poroso es común encontrar que cada poro puede estructurarse con cavidades y canales, en la primera recae la mayor parte de la porosidad del medio y la segunda sirven para conectar los poros entre sí.

Entre las dimensiones que caracteriza un material poroso, es de especial interés el diámetro de poro, ya que de él depende el proceso de transporte y la capacidad de adsorción.

#### 3.1.1. Clasificación

Una conveniente clasificación de los poros fue establecida por M.M. DUBININ en 1960 (científico académico creador del laboratorio de los procesos de sorción) y que posteriormente fue adoptada oficialmente por la unión internación de química pura y aplicada (IUPAC), dicha clasificación se describe en la tabla 1.

Tabla 1. Clasificación del material por dimensiones de poro.

Diámetro de poro.			
Microporo. Menor a 2 nm			
Mesoporo.	Entre 2nm y 50 nm		
Macroporo. Mayor a 50 nm.			

La clasificación de IUPAC de los poros por tamaño define que los microporos son capaces de captar una molécula por la atracción que impone las paredes opuestas que conforman al poro. Las funciones de energía potencial para esas paredes se superimponen para formar una cavidad profunda, y de ello resulta una fuerte adsorción.



La condensación capilar sucede en los mesoporos y se encuentra característicamente el lazo de histéresis. Los macroporos forman vías importantes para la difusión de las moléculas dentro de una partícula; en la adsorción en fase gas, no se llenan con adsorbato hasta que la fase gaseosa llega a estar saturada. A lo largo de este trabajo se hablara del material absorbente del tipo mesoporoso y microporoso, haciendo especial énfasis en las zeolitas.

#### 3.2. Material microporoso

#### 3.2.1. Antecedentes.

F.F. Mumpton dio el primer informe de zeolitas en México en la revista American mineralogist (1973), en el cual se nombraba la presencia de zeolitas en rocas sedimentarias dentro de un yacimiento verde a 3 km del pueblo de Etla, estas minas se encontraron zeolitas, modernitas y clinoptilolitas. Dicho autor dio a conocer la presencia de abundante concentración de zeolitas en zonas arqueológicas como Monte Albán y Mitla, las cuales tenían edificaciones con magma balsámico rico en "SIO<sub>2</sub>", aquí se determino que estas zeolitas se formaron por contacto con soluciones salinas y alcalinas.

El término zeolita fue utilizado para designar a una familia de minerales naturales que presentaban como propiedades particulares: el intercambio de iones y la deshidratación reversible de agua. Esta ultima propiedad dio origen al nombre genérico de zeolita (el cual deriva de dos palabras griegas; zeo: que ebulle, y lithos: piedra). Hoy en día, este término engloba a un gran número de minerales naturales y sintéticos que presentan características estructurales comunes. Ellos constan de un esqueleto cristalino formado por la combinación tridimensional de tetraedros "TO<sub>4</sub> (T=Si, Al, B, Ga, Ge, Fe) unidos entre sí a través de átomos de oxigeno comunes.

#### 3.2.1.1. Zeolitas.

Las zeolitas son aluminosilicatos hidratados cristalinos, que al deshidratarse, desarrollan estructura porosa con diámetros de 3 a 10 angstroms (en promedio), su formación geométrica se rige por el orden en que se acomodan los núcleos de aluminio y silicio dentro de la estructura tetraédrica (figura 2), el núcleo de dicha estructura se encuentra como ion, cuya carga es equilibrada al enlazarse con 4 átomos de oxigeno. En función de esta estructura básica, se desarrollan diversas formas resultantes de la variación en el entrelazado tetraédrico.



Figura 2. Unidad tetraédrica, "ión ortosilacato".



#### 3.2.1.2. Clasificación de las zeolitas.

Según la disposición de los grupos  $(SiO_4)^{-4}$  en las estructuras, se distinguen seis grupos fundamentales (descripción en la tabla 2).

Tabla 2. Clasificación de los silicatos.

Clase	Disposición de los	Relación	Descripción.		
	tetraedros de SIO <sub>4</sub>	Si:O			
Nesosilicatos.	Independientes.	1:4	Estos no comparten vértices u oxígenos con tetraedros adyacentes, siendo la unión entre ellos a través de cationes divalentes.		
Sorosilicatos.	Parejas. 2:7		Dos tetraedros que comparten un átomo de oxígeno, formándose grupos con estructura doble.		
Ciclosilicatos.	Anillos.	1:3	Unidos con una estructura en forma de anillo cerrado, tres, cuatro o seis tetraedros para formar grupos		
Inosilicatos.	Cadenas sencillas. Cadenas dobles. 1:3 4:11		En este grupo los tetraedros se unen entre sí en cadenas sencillas cuando dos oxígenos del tetraedro se unen lateralmente a otros tetraedro, las cadenas dobles se forman por unión de dos cadenas simples.		
Filosilicatos.	Hojas.	2:5	Se forman mediante la polimerización en dos direcciones, uniendo tres vértices de cada tetraedro con los vértices vecinos. De esta manera se forma una capa plana de anillos hexagonales de tetraedros.		
Tectosilicatos.	Armazones.	1:2	Todos los átomos de oxigeno pertenecen simultáneamente a dos tetraedros, para así formar redes tridimensionales. Algunos tectosilicatos pueden tener un exceso de cargas negativas originadas por la substitución isomórfica de "Si" por "Al" en algunos tetraedros. Dentro de este grupo se encuentran las zeolitas.		

Las zeolitas son clasificadas en 7 grupos en función de su estructura, de los cuales cada uno tiene subunidades estructurales que cuentan con un orden específico de tetraedros. Es esta primera clasificación la que nombra a las zeolitas en grupos específicos (tabla 3).



Grupo de la Filipsita.			Grupo de la Modernita.			Grupo de la Faujasita.		
Zeolita	N° T.	Si/Al	Zeolita	N°T.	Si/Al	Zeolita	N° T.	Si/Al
Li-ABW.	8		Bikitaita.	9		Linde.	24	
Filipsita.	16		Dischiardita.	24	]	Rho.	46	
Harmotoma.	16		Epistilbita.	24	]	Zk5.	96	1_2
Gismondita.	16	1_3	Ferrierita.	36	4-7	Faujasita.	192	1-5
Na-P.	16	1-5	Mordenita.	48		Paulingita.	672	
Amicita.	16		ZSM-5.	96	<20	Linde N.	768	
Garronita.	16		ZSM-11.	96		Grupo de la Heulandita.		
Yugawaralita.	16		Grupo de la	Chaba	zita.	Zeolita	N°T.	Si/Al
Merlionita.	32		Zeolita	N°T.	Si/Al	Brewsterita.	16	
Grupo de la A	nalci	ma.	Aghanita.	48		Heulandita.	36	2.2
Zeolita	N° T.	Si/Al	Levynita.	54		Estibita.	72	2.2- 5
Analcima.	48		Sodalita.	12	1	Stellerita.	72	Ŭ
Leucita.	48	1_3	Cancrinita.	12	]	Barretita.	72	
Wairakita.	48	1-5	Ofrerita.	18	]			
A	192		Loso d.	24	2.5-4			
Grupo de la Natrolita.			Gmelinita.	24	]			
Zeolita	N° T.	Si/Al	Liotita.	36				
Edingtonita.	10		Chabazita.	36	]			
Gonnardita.	20		Mazzita.	36				
Thomsonita.	40	1-2	Erionita.	36				
Natrolita.	40		Grupo de la	Laumo	ontita.			
Scolecita.	40		Zeolita	N°T.	Si/AI			
Mesolita.	120	1	Laumontita.	24	1-2			

Tabla 3. Clasificación de las zeolitas en función de su estructura cristalina.

Las zeolitas pueden clasificarse en función del poro, dividiéndose en poro extra grande, grande, mediano y pequeño, esto al considerar el número de átomos de oxigeno que forman los anillos o poros por los cuales se penetra al espacio intracristalino (tabla 4.).



Poro de la zeolita.	Átomos de O <sub>2</sub> que forman la abertura.	Diámetro de poro (angstroms).	Ejemplos.
Extra grande.	18	9< <i>θ</i>	MCM-9, VPI-5
Grande.	12	6< <i>θ</i> <9	Υ,β
Mediano.	10	5< <i>θ</i> <6	ZSM-5, ZSM-11
Pequeño.	8	3< <i>θ</i> <5	Eroinita, A

#### Tabla 4. Clasificación de las zeolitas en función del poro

La zeolita al ser un material con tendencia a la microporosidad se le da un uso como un medio cristalino en el cual puedan transferir materia a través de él, siendo limitado por su diámetro de poro, lo que le permite ser más selectivo con las sustancias que logran fluir, ya que estas deberán tener un diámetro cinético menor a la del poro especifico de cada material.

#### 3.2.1.3. Usos industriales de las zeolitas.

La estructura cristalina de las zeolitas, junto su porosidad y área superficial, permite desarrollar una gran diversidad de aplicaciones industriales en la actualidad (tabla 5), debido a esta gran versatilidad es que se desarrolla un gran interés en el desarrollo de técnicas sintéticas para la formación de estos materiales.

Tabla 5. Usos industriales de las zeolitas.

Aplicación.	Uso.
Purificación de agua	Tratamiento de lodos presentes en la potabilización de agua. Y como controlador de la acidez, alcalinidad, olor, sabor, color, turbidez, cloro libre, gérmenes y bacterias patógenas; permitiendo una alta estabilidad del agua en general.
Separación de mezclas de gases.	Separación de gases mediante el uso de membranas hechas con zeolitas.
Purificación de gas natural.	En aquellos gases con alto contenido de CO <sub>2</sub> , H <sub>s</sub> S y humedad, gracias a su capacidad de adsorción dentro de una mezcla de gases.
Fertilización.	Como soporte de fertilizantes y acondicionadores de suelos en sistemas de zeopónicos.
Craking del petróleo.	Catalizadores y soportes de catalizadores mediante: craqueo catalítico, hidrocraqueo, hidroisomerización, transformación de metanol en gasolina, alquilación, isomerización de aromáticos, polimerización, síntesis orgánica y química inorgánica.
Secado de gases.	Adsorbentes en medios ácidos.



Procesos nucleares.	Trampa de elementos radioactivos en efluentes líquidos, co materiales de relleno y cubierta de residuos radioactivos e sus almacenamientos			
Aplicación medica.	En la eliminación de compuestos nitrogenados en la sangre. A la vez se usa como agente antibiótico, parasitario y para el control de enfermedades renales. Y su función de soporte es útil al usar drogas medicinales.			
Detergente.	Como sustituto de fosfatos.			
Industria del papel	Para mejorar la calidad de impresión, relleno de poros y fibras, dando un aporte de brillo, opacidad, retención y blancura.			
Ablanda-miento de aguas industriales.	Actuando como intercambiador iónico para eliminar iones de NH <sup>4*</sup>			
Fabricación de vidrio.	Siendo útil en la formación de vidrios sódico – cálcicos.			
Industria de cosméticos y fármacos.	Para la elaboración de productos donde actúan como sustancias portadoras – liberadoras de principios activos.			
Suplemento alimenticio del ganado.	Su consumo mejora la conversión de alimentos y la adsorción intestinal de sus nutrientes, reduce los efectos tóxicos por altas concentraciones de amoniaco en los fluidos ruminales, capta el amoniaco, el dióxido de carbono, el acido sulfhídrico y el exceso de agua en las excretas, además de lograr la total desodorizarían de estas últimas.			
Abono.	En la elaboración de abono organomineral para plantas ornamentales. A la vez puede sustituir abonos con alta concentración de químicos, esto al aumentar los contenidos de fosfatos solubles de las roas fosfóricas para así ser más asimilables para las plantas; se observa que su uso reduce el contenido de nitratos en frutos y controlar la acidez provocada en los suelos.			
Control de plagas.	Para el almacenamiento y conservación de granos y semillas en cualquier localidad, mediante el control de la propagación de insectos y hongos.			

#### 3.2.2. Zeolitas naturales.

La formación de una zeolita en la naturaleza comienza cuando la lava volcánica se enfría en determinadas condiciones de temperatura y presión, para así permitir la formación de cristales y formar el magma balsámico rico en álcalis, todo esto dentro de un medio acuoso salino o alcalino.



En la tabla de a continuación se establecen la existencia de cuatro ambientes o yacimientos zeoliticos, estos son: diagenéticos, metamórficos, hidrotérmicos y magnaticos.

Tabla 6. Clasificación de entornos naturales para la formación de zeolitas.

	Diagénesis en suelos.	En suelos áridos ricos en carbonatos y bicarbonatos de sodio los cuales al llegar a cierta concentración, desencadenan la cristalización y formación de cristales.
Tipo Diagenético.	Diagénesis en un sistema hidrológico abierto.	Este se presenta por la percolación lenta de agua meteórica a través de capas terrestres que, a medida que adquiere profundidad, va aumentando a un pH más alcalino. Esto se observa ante la formación de zonación vertical de diversos minerales productos de esta reacción, dejando a las zeolitas por debajo de la formación de arcilla.
	Diagénesis en un sistema hidrológico cerrado.	Este se presenta en una cuenca endorreica (sin corrientes efluentes) desarrollada en sustratos volcanosedimentarios. Estas cuencas muestran presencia de lagos de salinidad alcalina la cual reacciona con el vidrio volcánico.
	Diagénesis en sedimentos marinos.	Estos medios actúan con temperaturas bajas en sedimentos marinos profundos, aunque también se puede observar en fondos submarinos por la reacción del vidrio volcánico y materiales aluminosilicatados con agua de mar enriquecidas en sílice (posiblemente de origen biogénico).
	Génesis en geoautoclaves.	Tiene lugar en zonas donde yacen rocas volcánicas piroclásticas, en donde la zeolitización completa está dada a altas temperaturas y una elevada presión producido por el vapor existente en la roca.
Tipo Metamórfico.	Diagénesis de enterramiento.	Las rocas afectadas por metamorfismos que, ante un incremento de temperatura o la presencia de materiales cuya composición es apropiada (del tipo piroclásticos o lavas), dan origen a la formación limitada de zeolitas.
	Metamorfismo en contacto.	Esto en roca volcánica o volcanosedimentaria, a bajas temperaturas, se puede observar la formación de zeolitas en las posiciones más distales de las aureolas de contacto.



Tipo Hidrotermal.	En coladas volcánicas continentales.	Estas coladas volcánicas se encuentran preferentemente asociadas a coladas basálticas y basanitas, traquitas y riolitas. La mineralización se produce en el interior de vacuolas o fracturas, y presentan disposiciones en forma de anillo, formando cristales idiomórficos.
	En campos geotérmicos.	Este campo permite la producción de alteraciones de materiales volcánicos y rocas feldespáticas, por la acción de fluidos hidrotermales de origen meteórico o marino que disuelven silicatos y vidrio volcánico formando depósitos de zeolitas en zonas más someras y frías.
	Hidrotermalismo submarino.	Durante el Hidrotermalismo, las zeolitas se forman en zonas alteradas con mineralización de "Pb,Zn, Cu tipo kuroco".
	En estadios hidrotermales tardos de rocas plutónicas y pegmatíticas.	La formación de zeolitas en este medio se debe a los minerales primarios alterados por fluidos hidrotermales, dando lugar a numerosas especias.
Tipo Magmática.	Magmática.	Siendo la analcima la única zeolita que cristaliza a partir de un magma, esto sucede en rocas básicas alcalinas temperaturas entre los 600°C y 640°C con presiones de 5 a 13 Kbar.

#### 3.2.3. Zeolitas sintéticas.

El proceso de síntesis de las zeolitas se realiza mediante el proceso sol-gel, el cual abarca desde un sistema de suspensión de partículas coloidales (de tamaño comprendido entre 1-1000nm) hacia una fase solida-gel. Los precursores encargados de propiciar este proceso pueden ser alcóxidos metálicos, los cuales siguen una secuencia de reacción sol-gel que tiene lugar durante una hidrólisis (a) y en una condensación que puede producir agua (b) o alcohol (C).

Esta mezcla-gel suele estar compuesta por: una fuente de silicio, una de aluminio, y una fuente mineralizante la cual genera un sistema básico al ser los iones de hidróxido presentes. Todos estos reactivos se mezclan en una disolución acuosa, que, sometida a una temperatura y presión especifica, propiciará la cristalización del medio.



Previo al periodo de cristalización ocurre un periodo de inducción, el gel y las especies en disolución sufren cambios constantes entre monómeros y clusters, lo que ocasionan una constante aparición y desaparición de núcleos a través de los procesos de hidrólisis y condensación. En este momento se presentan reacciones de equilibrio entre una sea solida y otra liquida, la cual tendrá una composición química similar a la de la zeolita que se produzca posteriormente, pero con una carencia de organización periódica. Este proceso continúa hasta que el tamaño y número de dichos clusters es lo suficientemente grande como para ser estables en la disolución y por lo tanto empiezan a crecer. Ante lo anterior, Los núcleos empiezan a formarse dependiendo de la estructura de la zeolita final, dando lugar a la etapa de cristalización.

Figura 3. Curva de cristalización de una zeolita.



La síntesis de la zeolita y se realiza dentro de medio basico ante la presencia de iones de hidroxilo alcalinos, estos actuan como agentes mineralizantes (o catalizadores) en la formacion y rotura de enlaces Si-O-T. La relacion de OH<sup>-</sup>/SiO<sub>2</sub> ejerce una fuerte influencia en las especies polimericas presentes en la composicion de la mezcla de reacción y en la velocidad a la cual las especies interconvierten, por hidrólisis y condensación, para formar la red cristalina.

Una característica de interés para la síntesis de zeolitas, es su capacidad de permitir la movilidad de iones a través de sus poros mediante el intercambio iónico, por lo cual solo permite el flujo de cationes con la misma carga de los cationes ya presentes en la estructura interna.

Esta capacidad está directamente relacionada con la cantidad de "Al" presente en la red zeolitica y depende directamente de su composición química. Por lo que, una alta capacidad de intercambio iónico corresponde a zeolitas con baja relación SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. El intercambio iónico puede alterar el tamaño del diámetro cinético del poro, al fijar metales con la capacidad de expandir los canales internos.



#### 3.2.4. Técnica de síntesis de la Zeolita "Y".

La zeolita del tipo "Y" se identifica por tener las características que se muestran en la tabla 7. Por lo que se pretende sintetizar este material buscando dichas características o lo más próximas posible.

Material	Diámetro de poro.	Área superficial.	Volumen de poro.	Relación Si/Al	Representación del poro.
	(nm)	(m²/g)	(cm³/g)		
Zeolita Y.	0.74	380	0.19	3-4.5	

#### 3.2.4.1. Envejecimiento de la muestra.

El periodo de envejecimiento aplicado durante la síntesis asegura la completa disolución de la mezcla para así alcanzar el máximo uso de todo el reactivo y evitar su sedimentación.

La parrilla de agitación magnética mantiene el periodo de agitación a 900 rpm, además de generar una temperatura de 30 °C dentro del sistema, esto facilita la disolución de la mezcla en el medio alcalino.

El medio alcalino es inducido por el hidróxido de sodio, el cual no solo aporta el pH adecuado para la formación de la zeolita "Y", además aporta el ion de hidroxilo el cual es el agente director de la cristalización de este material. Cabe destacar que la presencia de sodio dentro de la solución, también tiene un impacto en la alcalinidad (según Lewis) del producto final, el cual aumenta en función de los electrones libres dentro de la unidad base de la zeolita (estructura tetraédrica la cual está formada por cuatro moléculas de oxígenos y una molécula de silicio, aluminio o sodio, para el caso de la zeolita Y). Esta alcalinidad se genera por la carga negativa generada por los oxígenos, la cual aumenta al tener más electrones libres cuando el catión de sodio ocupa el lugar (dentro del tetraedro) que ocuparía una molécula de aluminio o silicio.

El envejecimiento de la solución permite dar inicio al periodo de inducción del material cristalino, en el cual se presenta una primera etapa donde las moléculas de la zeolita empieza a tener un orden primario, pero sin llegar a ser cristalinos.

Esta etapa al realizarse con las condiciones adecuadas, asegura acondicionar la solución para así dar comienzo a la etapa de cristalización.

#### 3.2.4.2. Tratamiento hidrotermal.

Este periodo comienza durante el tratamiento térmico, el cual se debe mantener a 120°C (en presión autógena) dentro de un sistema cerrado y durante un periodo de 72 horas.

El reactor de acero inoxidable asegura mantener un sistema cerrado y en presión autógena, con ayuda de un horno de secado se mantiene la temperatura de operación durante el tiempo establecido.



Es en esta etapa donde la nucleación y la cristalización se generan, esto al tener una mezcla heterogénea de los reactivos y conservando las variables establecidas para la formación de la zeolita Y.

En la etapa de nucleación se incrementa el volumen crítico del gel (formado a partir de la solución alcalina) hasta alcanzar una estructura semiordenada a tal grado que permita la formación de núcleos, los cuales serán el centro de crecimiento donde la red cristalina se propague, lo anterior permite formar una estructura cristalina con las características de la "zeolita Y".

En la cristalización se finaliza la formación de la "zeolita Y" en la cual se observa una fuerte dependencia del crecimiento de los cristales en fusión de la temperatura establecida del proceso.

#### 3.2.4.3. Lavados del sedimento solido.

Los lavados cumplen con la función de eliminar todo residuo generado durante la cristalización, en él se desecha los silicatos de sodio, agua y productos secundarios que ya no intervinieron en la cristalización de la "zeolita Y".

La centrifuga genera la fuerza suficiente para separar en fases distintas a los residuos del material cristalino formado, por ello se mantiene a 3000rpm en un periodo de 10 min (realizando este proceso cuatro veces).

Ante la exposición de la fuerza centrifuga generada, los cristales de zeolita Y se sedimentan en una misma fase, aprovechando la diferencia de densidades con los residuos restantes para lograr su separación.

#### 3.2.4.4. Secado del producto.

El proceso de secado elimina el agua restante que pudiese quedar en el producto final, de esta manera se obtiene un producto seco y con las condiciones adecuadas para su posterior caracterización.

Durante este proceso se debe alcanzar los 110°C durante un periodo de 12 hrs dentro de un horno de secado.

#### 3.3. Material mesoporoso.

#### 3.3.1 Antecedentes.

El material mesoporoso presentan poros con un diámetro de poro (según la IUPAC) comprendido entre 2 y 50 nm. Sus aplicaciones son similares a la de las zeolitas, diferenciándose por el tamaño de partícula que permiten difundir en sus redes cristalinas, permitiendo el paso de moléculas con un diámetro cinético mayor a 1.2 nm. Esta capacidad permite que los materiales mesoporoso sean utilizados para procesos de: craqueo o hidrocraqueo de gasoil de vacío, procesos de química fina, en la industria cosmética o farmacéutica.

El interés por estos materiales empezó a sobresalir en 1992, esto debido a las investigaciones de la compañía Mobil, la cual publico la síntesis de varios silicatos y aluminosilicatos con estructura mesoporosa ordenada. Este grupo de materiales Mesoporosos (M41S) se caracteriza por tener un sistema ordenado de mesoporos con una distribución de diámetro de poro estrecha y elevada área superficial.



Cabe destacar que la empresa "Mobil" utilizó surfactantes catiónicos como agente director en la síntesis de material mesoporoso en medio alcalino. Los surfactantes o tensoactivos son especies con estructura polar-no polar, ante esto sus propiedades y comportamientos se comportan de manera dual al presentar un lado hidrófobo y otro hidrófilo

En un medio acuoso, el grupo hidrófilo ejerce un efecto solubilizante y tiende a llevar a la completa disolución de la molécula, el grupo hidrófobo en cambio, debido a su insolubilidad, tiende a contrarrestar la preferencia del primer grupo. Cuando en una interface es cubierta por moléculas de surfactante, la tensión superficial se reduce y en la fase acuosa se observa la presencia de moléculas individuales (monómeros). A partir de una cierta concentración de estos monómeros en fase acuosa, las interacciones hidrófobas entre las moléculas del surfactante se tornan suficientemente importantes con respecto a las interacciones hidrófila surfactante/ agua para que se forme espontáneamente una asociación o un proceso de micelación.

Las estructuras Mesoporosas obtenidas están influenciadas por la concentración del surfactante utilizado como agente director y la temperatura usada durante la síntesis. Lo anterior se observa cuando la relación surfactante/fuente de silicio está comprendida entre 0.11 y 0.5, resultando en estructuras hexagonales, con relaciones comprendidas entre 0.5 y 08 se observan estructuras tridimensionales cubicas. Del mismo modo ocurre en la síntesis de material mesoporoso en medio acido, además de mostrar una estructura laminar inestables cuando la relación es por encima de 0.8.

#### 3.3.2. Técnica de síntesis del material "SBA-15"

La zeolita del tipo "Y" se identifica por tener las características que se muestran en la tabla 7. Por lo que se pretende sintetizar este material buscando dichas características o lo más próximas posible.

Tabla 6. Características estructurales del material SBA-15.				
Material	Diámetro de poro.	Área superficial.	Volumen de poro.	
	(nm)	(m²/g)	(cm <sup>3</sup> /g)	
SBA-15.	7.4	803.3	1.17	

#### Consistent of the sector of th

#### 3.3.2.1. Formación de la solución base.

La formación de la solución previo al periodo de envejecimiento da comienzo con la formación de la solución acida, la cual consiste en disolver el Copolímero pluronic 123 dentro de acido clorhídrico al 35 %.

El Copolímero Pluronic 123es el nombre comercial para el Copolímero con formula química:

HO (CH2 CH2 O)20 (CH2 CH(CH3) O)70 (CH2 CH2 O)20 H



Un Copolímero se define como una macromolécula compuesta por dos o más monómeros que se pueden unir por enlaces químicos, los cuales se distribuyen en bloques cuando su periodicidad se alterna en largas secuencias de monómeros. Este Copolímero de tres bloques tiene comportamiento similar a un hidrocarburo tensoactivo, el cual forma micelas cuando se coloca en un disolvente selectivo (como el agua).

A la par de la formación de la solución acida esta la formación de la solución alcalina, la cual consiste en disolver el reactivo activo A1 en solución acuosa para obtener un pH alcalino de 0.75M (la alcalinidad es producida por el NaOH contenido en la muestra A1).

La solución final de pH acido, se forma por goteo de la solución acido dentro de la solución alcalina, con la finalidad de hacer la homogenización de ambas soluciones sin producir una reacción exotérmica por el contacto del acido con el agua del medio alcalino.

#### 3.3.2.2. Envejecimiento de la solución.

Una vez que ambas soluciones están integradas en una misma, se da comienzo al periodo de envejecimiento, en donde la solución es sometida a agitación continua con una temperatura de operación de 35°C conservando la acidez (pH=2) al monitorear con ayuda de un potenciómetro (de ser necesario se agrega HCI por goteo dentro de la solución). Durante este proceso se quiere de conservar la acidez de la solución ya que en estas condiciones se logra acelerar el periodo de inducción de la cristalización, en el cual dará comienzo a la formación de la estructura base que posteriormente se moldeara con la forma de las micelas del Copolímero.

#### 3.3.2.3. Tratamiento hidrotermal.

El tratamiento hidrotermal da comienzo a la cristalización, en este punto, el Copolímero genera un molde de donde inicia la nucleación. El Copolímero ayuda a formar la estructura base del material SBA-15, esto al generar las micelas, las cuales son moléculas con la característica de tener una parte hidrófobica en el interior y otro hidrofilico en su exterior, es esta característica la que favorece la síntesis en medio acuoso del material SBA-15 en la parte externa de la micela, la cual actúa como un molde apartando las moléculas de agua del interior.

Este tratamiento se produce dentro de un reactor de acero inoxidable que genera un sistema cerrado a presión autógena, el cual será sometido a una temperatura de 100C en un horno de secado, esto durante un periodo de 24 horas.

#### 3.3.2.4. Lavados del sedimento solido.

Los lavados cumplen con la función de eliminar todo residuo generado durante la cristalización, en él se desecha las sales, agua y productos secundarios que ya no intervinieron en la formación del material "SBA-15".

La centrifuga genera la fuerza suficiente para separar fases distintas a los residuos del material cristalino formado, por ello se mantiene a 3000rpm en un periodo de 10 min (realizando este proceso cuatro veces).

Ante la exposición de la fuerza centrifuga generada, el material SBA-15 se sedimentan en una misma fase, aprovechando la diferencia de densidades con los residuos restantes para lograr su separación.

#### 3.3.2.5. Secado del producto.

Una vez que la micela permitió formar el material cristalino en su parte hidrofilico, es calcinada para así dejar el SBA-15 moldeado con su forma externa, pero con la diferencia que en su interior quedara canales (poros) los cuales tendrán las dimensiones del rango mesoporoso.

El proceso de secado elimina el agua restante que pudiese quedar en el producto final, de esta manera se obtiene un producto seco el cual será calcinado para así eliminar el material orgánico restante.

Este proceso se debe alcanzar los 110°C durante un periodo de 12 hrs dentro de un horno de secado, posteriormente en una mufla, el producto deberá ser sometido a 550°C con una rampa de calentamiento de 1.5°C/min durante 6 horas.

#### 3.4. Gases de efecto invernadero.

#### 3.4.1. Efecto invernadero.

Aunque el dióxido de carbono constituye sólo una mínima parte de la atmosfera de la tierra, con una concentración de 0.033% en volumen, tiene un papel fundamental en el control del clima. El término "efecto invernadero" describe el mecanismo por el cual los gases de la atmosfera, en particular el dióxido de carbono, atrapan el calor cercano de la superficie de la tierra. El techo de vidrio de un invernadero trasmite la luz solar visible y adsorbe parte de la radiación infrarroja emitida, y de esta manera atrapa el calor. En cierto modo el dióxido de carbono funciona como un techo de vidrio, exceptuando que el aumento de temperatura en un invernadero se debe principalmente a que la circulación del aire interior está restringida.

El origen del efecto invernadero comienza porque la energía que llega del sol está formada por ondas de frecuencias altas que traspasan la atmosfera con gran facilidad. A su vez, la energía remitida hacia el exterior, desde la tierra, al proceder de un cuerpo mucho más frio, está en forma de ondas de frecuencia más baja. Y es adsorbida por los gases de efecto invernadero.

Esta retención de la energía hace que la temperatura sea más alta en función del incremento de la concentración de CO<sub>2</sub> en la atmosfera.

La concentración media de dióxido de carbono se ha incrementado desde unas 275 ppm antes de la revolución industrial, a 315 ppm cuando se empezaron a usar las primeras estaciones de medida exactas en 1958, hasta 361 ppm en 1996.

Ante la quema de carbón, uso de petróleo y gas natural a una velocidad muchísimo mayor que el ritmo con que se crearon dichos recursos, ha ocasionado una grave perturbación en el ciclo del carbono. En la actualidad, los niveles atmosféricos de dióxido de carbono están aumentando mas del diez porciento cada veinte años.



#### 3.4.2. Gases de efecto invernadero.

Los gases de efecto invernadero son esenciales para la vida en el planeta, al tener la función de conservar el calor dentro del planeta ocasionando el calentamiento global, el problema radica en el incremento de la concentración de estos gases por encima de los valores normales, provocando que gran cantidad de la energía solar quede atrapada en la atmosfera. La fuente de producción de estos gases se detalla en la tabla 9.

Gases de efecto invernadero.	Fuente.
Dióxido de carbono.	Producido por uso de combustible fósil y por la deforestación. Este gas ha contribuido a mantener la temperatura constante dentro de la tierra, sin embargo en la actualidad, es responsable de casi el 76% del calentamiento global previsto para los próximos años.
Metano.	Es producido por la combustión de combustible fósil, asimismo, se produce en los pozos de petróleo, minas de carbón al aire libre, cultivos de arroz y por la digestión alimenticia de los animales.
Oxido nitroso.	Liberado por la contaminación de vehículos motorizados Diesel, así como el empleo de fertilizantes nitrogenados.
Vapor de Agua.	Por evaporación, ebullición del agua líquida o por sublimación del hielo.
Ozono.	Presente en la estratosfera y la troposfera.
Hidrofluorocarbono.	aerosoles, refrigerantes y dispersores de espuma de uso industrial y domestico.
Perfluorocarbono.	Es provocado por la producción de aluminio por electrolisis.
Hexafluoruro de asufre.	Provocado por la producción de magnesio.

#### Tabla 9. Fuente de los gases de efecto invernadero.

#### 3.4.2.1. Emisión de dióxido de carbono.

Ante el incremento de emisión de gases contaminantes tales como: los óxidos de nitrógeno, de azufre, dióxido de carbono y metano, esto debido a la gran dependencia energética y al uso de combustibles (de origen fósil), ha ocasionado un incremento en la temperatura del planeta, provocando un asenso del nivel del mar y un descenso de la superficie cubierta de nieve en el hemisferio norte, desencadenando una serie de fenómenos naturales del que sobresale el cambio climático a nivel mundial.

La principal razón que ocasiona el cambio climático en la actualidad, es la emisión de gases de efecto invernadero, del cual que sobresale el dióxido de carbono (figura 4).





#### Figura 4.Datos sobre la emisión del dióxido de carbono.

a) Emisiones anuales mundiales de GEI antropogénicos.

b) Parte proporcional que representa diferentes GEI antropogénicos respecto de las emisiones totales en 2004, en términos de CO<sub>2</sub> equivalente.

C) parte proporcional que representa diferentes sectores en las emisiones totales de GEI antropogénicos en 2004, en términos de CO<sub>2</sub> equivalente.

#### 3.4.2.2. Tecnologías de captura de dióxido de carbono.

Las crecientes emisiones de CO<sub>2</sub> genera la necesidad de desarrollar diferentes tecnologías de captura, lo que muestra una dirección a futuro para dar solución a esta problemática en asenso.

Tecnología.	Aplicaciones industriales.	Principales problemas para lograr una aplicación a larga escala.	Necesidades a futuro.
Absorción.	Remoción de CO <sub>2</sub> desde un flujo de gas. Purificación de gas natural.	Requerimiento energético para regeneración. Pretratamiento de otros gases ácidos.	Mejora en el diseño del proceso. Solventes con alta capacidad de arrastre de CO <sub>2</sub> y baja regeneración energética. Adsorbentes reutilizables.

Tabla 10. Tecnologías de captura de CO<sub>2</sub>.



Membranas.	Separación de CO <sub>2</sub> en producción de H <sub>2.</sub> Purificación de gas natural.	Selectividad de CO <sub>2.</sub>	Facilidad de transporte cerámico. Lograr mayor permeabilidad y selectividad.
Destilación criogénica.	Licuefacción de CO <sub>2</sub> desde pozos de gas.	Refrigeración <0°C. Pretratamiento por impurezas congeladas, por encima de la temperatura de operación.	Procesos híbridos. Integración con procesos de secuestro. Eficientes ciclos de refrigeración.
Adsorción.	Separación de $CO_2$ en producción de $H_2$ . Purificación de gas natural.	Adsorbentes que tienden a tener baja capacidad y selectividad. Mucho tiempo para terminar un ciclo.	Nuevos materiales adsorbentes de CO <sub>2</sub> capaces de funcionar en presencia de vapor de agua. Adsorbentes con base de carbón.

Al analizar más a fondo las tecnologías de adsorción, se observa que este proceso es del tipo físico e involucra a las fuerzas intermoleculares, las cuales son relativamente pequeñas en comparación a la adsorción química, por lo que la selectividad del adsorbente es relevante, ya que este deberá aportar el área superficial necesaria para lograr la adsorción de la especie de interés, excluyendo al resto de los componentes involucrados. Esta selectividad mejora al manejar material poroso, ya que en función del diámetro que estos presente, será la capacidad de difusión de moléculas que permita el adsorbente. Además la adsorción implica la acumulación de moléculas de soluto en una interface (ya sea gas-solido o liquido-solido) y debido a que la capacidad de acumulación superficial es pequeña, se prefiere el uso de materiales poroso para aprovechar el volumen interno de cada poro.

Las moléculas son atraídas a la superficie del adsorbente como resultado de dos tipos de fuerzas: fuerza de "dispersión-repulsión" (también llamadas fuerzas de London o de Van der Waals) y fuerzas electrostáticas, la cual existe como resultado de que una molécula o superficie tenga un momento eléctrico dipolo o cuadripolo permanente o una carga eléctrica neta. Si una superficie es polar, su campo eléctrico resultante inducirá un momento dipolo en una molécula sin ningún dipolo permanente y, mediante esta polarización, aumentará la extensión de la adsorción. Mas sin embargo se presenta la situación en la cual una superficie polar y moléculas con momento dipolar fuerte, donde la atracción es fuerte, como es la adsorción de agua en un adsorbente hidrofilico (como las zeolitas) y esta atracción aumenta en función del como aumente el momento dipolar de la molécula.



#### 3.5. Técnica de caracterización.

La caracterización del material sintetizado se realizó (en una etapa primaria) mediante la difracción de rayos X (DRX). Esta técnica espectroscópica consiste en la irradiación de rayos "X" sobre la superficie de la muestra, variando el ángulo de incidencia del mismo. Dicha radiación penetra en la muestra y se difracta en función del recorrido del haz de rayos "X" en el material cristalino (ordenado). Este genera un patrón de difracción único y característico de cada material.

Aquellas muestras que presentan un carácter cristalino, generan una señal (en consecuencia, el difractograma correspondiente) en función de la estructura y el grado de ordenamiento del material.

En una etapa secundaria, las muestras sintetizadas pasan por una segunda caracterización al utilizar un microscopio electrónico, estos son equipos ópticos con un tamaño de sonda cuya resolución es aproximadamente la mitad de la longitud de onda con la que se ilumina la muestra.

El funcionamiento del equipo consiste en acelerar un haz de electrones y focalizarlo para irradiar la muestra en un punto de aproximadamente 10 nm. Esta interacción entre el haz de electrones y la muestra genera la dispersión de electrones que el microscopio identificará para así cuantificar el número de partículas emitidas en ese punto irradiado. De esta manera se genera una imagen que representa la estructura del material cristalino.

#### 3.5.1. Difracción de "rayos X".

El mecanismo que actúa en la técnica de difracción de rayos X es la dispersión, en el cual el fotón incidente es desviado (con igual energía) de su trayectoria original de propagación, esto al colisionar con un electrón del material analizado.

La dispersión se produce en el momento que la luz pasa a través de la estructura periódica del material. Para que se genere el difractograma la distancia en la que se repite la estructura periódica debe ser aproximadamente igual a la longitud de onda de la luz utilizada.

La red cristalina presente en los materiales sintetizados se repite con una distancia de  $10^{-8}$  cm (distancia entre átomos), por lo que al utilizar la longitud de onda de rayos X ( $10^{-8}$  cm) se espera que pasen a través del material cristalino.

Figura 5. Esquema de la difracción de los rayos X por los planos de un cristal.





Cuando los rayos X de longitud de onda " $\lambda$ " inciden sobre un material cristalino (con planos de átomos paralelos de índice de miller "hkl" y son difractados en un ángulo " $\theta$ ", las ondas difractadas producirán una intensidad máxima en un detector si la diferencia en las trayectorias de los rayos en ambos planos es un número entero de veces la longitud de onda de los rayos X empleados "n $\lambda$ " (donde n es el numero entero).

En el esquema (sobre la difracción de rayos "X" por los planos de un cristal) se ilustra que la diferencia del recorrido de las dos ondas es:  $2^*d_{hkl}$ \*sen  $\theta$ , donde  $d_{hkl}$  es la distancia entre los dos planos del cristal con índices de miller (hkl), lo anterior deduce la ecuación de Bragg:

#### $n \cdot \lambda = 2 \cdot dhkl \cdot sen\theta$

Si se representa la intensidad de la radiación que llega al detector, frente al ángulo " $\theta$ ", aparecerá un pico cuando se cumpla la ecuación de Bragg, a dicha representación se le denomina diagrama de difracción o difractograma.

La dirección en la que sale el haz difractado forma un ángulo "θ" con la superficie de la familia de planos que difracta, es decir, un ángulo "2θ" con la dirección de incidencia del haz de rayos X. Además, la dirección del haz incidente y la dirección del haz difractado están conectados en un plano que es perpendicular a la familia de planos que difractan.

Como en los materiales cristalinos hay diferentes familias de planos, con distintos espaciados, existirán también distintas direcciones de difracción. Al analizar un conjunto de espaciados de un cristal característico se genera un difractograma que (como una huella dactilar) identificara al material cristalino.

Dentro del equipo se realiza el análisis en una muestra constituida por polvo o agregado policristalino. Esta muestra debe de estar integrada por un número muy elevado de pequeñísimos fragmentos cristalinos desorientados al azar con respecto a otro, de tal forma que no exista ningún tipo de correlación en la orientación.

Cuando se coloca la muestra a un ángulo arbitrario con respecto al rayo "X" incidente, la radiación difractada alcanza al detector, y esta muestra se hace rotar hasta que los planos de su red cristalina se alineen a un ángulo  $\theta$  que satisfaga la ecuación de Bragg (para así alcanzar la difracción máxima o completa).

#### 3.5.2. Microscopia electrónica de barrido.

En este equipo, un haz de electrones es generado por un filamento incandescente, el cual emite los electrones que son acelerados por una rendija cercana polarizada positivamente. Este haz de electrones tiende a dispersarse a través del vacío que recorre hasta llegar a un campo eléctrico generado por unas placas, las cuales focalizan el haz de luz y lo condensa.

Finalmente, el haz de luz es conducido hacia un punto determinado mediante bobinas electromagnéticas deflectoras, de manera que estas permiten realizar un "barrido" en la zona de interés.





Figura 6. Esquema del funcionamiento del microscopio electrónico de barrido.

Cuando el haz de electrones incide sobre un punto de la muestra, se generan la formación de electrones secundarios (además de generar electrones elásticos, rayos X, cátodoluminiscencia), estos electrones se utilizan para la formación de la imagen que identifica al material cristalino. La resolución de la imagen generada se limita por dos factores: el tamaño del haz de luz (la cual es seleccionable por el usuario y oscila entre 1 y 40 KeV) y la extensión de la zona donde tiene lugar la interacción sonda-objeto (en la imagen se representa con 50 angstroms).

Cuando el haz de electrones interactúa con la muestra, se genera electrones secundarios, los cuales dependerán tanto del material (a mayor número atómico mayor es la emisión) como de su forma (en zonas rugosas, bordes o aristas en las cuales es mayor debido a la concentración de carga electrónica en un punto de su estructura). Al momento de desplazar el haz de luz a través de la muestra (mediante los lentes deflectores) se genera una línea, cada línea generada se ira superponiendo para formar una imagen.

En el proceso de formación de la imagen se pierde información sobre las distancias verticales (altura y profundidad), por lo que objetos prominentes pueden aparecer como agujeros.

Figura 7. Esquema del perfil en una muestra para SEM.



Perfil de la muestra con diferentes formas geométricas.

Imagen generada para cada perfil geométrico.



## Capitulo.4 Desarrollo.




## 4.1. Procedimiento experimental.

## 4.1.1. Pre-tratamiento del residuo.

El residuo proporcionado por una empresa dedicada a la elaboración de diversos productos químicos tales como silicatos de sodio y sulfato de aluminio, entre otros productos, es un lodo de carácter acido que, de acurdo a la Norma oficial Mexicana (*NOM-52-SEMARNAT-2005, que establece las características, el procedimiento de identificación, clasificación y los listados de los residuos peligrosos*), se clasifica como peligroso.

Como primera etapa de la síntesis se realizo la fusión con hidróxido de sodio (NaOH), con el objetivo de formar silicato de sodio, el cual es mas reactivo para la síntesis de zeolitas y materiales Mesoporosos. Este procedimiento se describe a continuación.

## Figura 8. Esquema del procedimiento: Fusión de la muestra.



## 4.1.1.1. Fusión de la muestra.

- a) Siguiendo una relación de "1g de Residuo/1.5g de NAOH", se mezcla ambos compuestos en una capsula de porcelana
- b) Se somete a 300°C en mufla durante 15 minutos, para posteriormente pulverizar el producto obtenido en mortero, hasta obtener una mezcla homogénea, la cual se distribuye dentro de la misma capsula de porcelana.
- c) Con la capsula de porcelana dentro de la mufla, se incrementa la temperatura hasta alcanzar los 550°C, conservando esta temperatura durante 2 horas.
- d) El producto obtenido (A1) es utilizado para las siguientes síntesis hidrotermales.



## 4.1.2. Síntesis de la zeolita tipo "Y"

La zeolita "Y" sintetizada siguió una serie de pasos en los cuales se controló las variables experimentales necesarias para su formación, a continuación se describe el procedimiento a seguir.





## 4.1.2.1. Envejecimiento de la muestra.

- a) Se pesan 2g del reactivo A1 por cada 40ml de agua destilada usada en cada experimentación
- b) En un vaso de precipitado de 50ml se forma una solución de sosa con el volumen de agua destilada previamente medida, usando 3.6g de NaOH en cada experimentación.
- c) La solución de sosa se homogeniza en una parrilla de agitación a 900rpm a 30°C.
- d) A la solución final formada, se le agrega 2g del reactivo A1 durante la agitación, teniendo cuidado de hacerlo de manera paulatina.
- e) La solución resultante se deja en agitación constante durante 1 hora (durante esta etapa se abarca el periodo de envejecimiento de cada experimentación).

## 4.1.2.2. Tratamiento hidrotermal.

- a) El horno de secado a usar se somete a un precalentamiento hasta alcanzar la temperatura de 120°C (esto puede realizarse 30 minutos previos a finalizar el periodo de envejecimiento).
- b) Dentro de un reactor de acero inoxidable, se introduce la solución obtenida del periodo de envejecimiento, asegurándose de tener un sistema cerrado herméticamente al usar cinta de teflón en la rosca del cierre.

- c) Se coloca el reactor dentro del horno de secado una vez alcanzado los 120°C, durante un lapso de tiempo predeterminado (12, 24, 48, 72 y 144 horas).
- d) Se debe mantener una temperatura constante a presión autógena durante todo el periodo del tratamiento hidrotermal.

## 4.1.2.3. Lavados de sedimento solido.

- a) Completado el periodo del tratamiento hidrotermal, se retira del horno el reactor de acero con la ayuda del equipo de protección, para someterlo a un enfriamiento por contacto directo con un flujo de agua a temperatura ambiente.
- b) Una vez que el reactor alcance la temperatura ambiente, se extrae el producto formado para colocarlo dentro de una probeta de 100ml.
- c) Con agua destilada de una pizeta, se extrae cualquier residuo contenido en el reactor, y se deposita dentro de la probeta hasta completar los 60 ml.
- d) El volumen final del producto son repartidos en 6 tubos con tapa para centrifuga, asegurando que tengan el mismo peso.
- e) Se colocan los tubos dentro de una centrifuga refrigerada a 3000rpm durante 10 minutos con una temperatura de 30°C.
- f) Con una pipeta volumétrica de 5ml se retira el fluido sobrenadante de cada tubo, procurando no succionar la fase solida sedimentada.
- g) El sedimento formado se extrae con un lavado de agua destilada, procurando usar el mínimo de este liquido, para así colocarlo dentro de un vaso de precipitado de 50ml.

## 4.1.2.4. Secado del producto.

- a) El sedimento recolectado dentro del vaso de precipitado es colocado en el horno de secado a 110°C durante un periodo de 12 horas.
- b) Una vez completado del tiempo de secado, se extrae el polvo obtenido para así pesarlo (con ayuda de un vidrio de reloj) en una balanza analítica.
- c) El polvo obtenido se pulveriza en un mortero pequeño y se almacena en una bolsa de plástico con cierre hermético.



## 4.1.3. Síntesis del material "SBA-15".

El material SBA-15 sintetizado siguió una serie de pasos en los cuales se controló las variables experimentales necesarias para su formación, a continuación se describe el procedimiento a seguir.

Figura 10. Esquema del procedimiento: Síntesis del material "SBA-15"



## 4.1.3.1. Formación de la solución base.

- a) Dentro de un vaso de precipitado de 150ml se colocan 1.074g de Copolímero Pluronic 123 por cada 4.2ml de acido clorhídrico (HCI. al 35%); con el fin de lograr la completa disolución, se homogeniza en parrilla de agitación a 900rpm durante 3 horas con un temperatura de 35°C.
- b) Durante la segunda hora de agitación de la solución del Copolímero en medio acido, se disuelve en un vaso de precipitado de 150ml, 1.79g del reactivo "A1" por cada 35.8ml de agua destilada, homogenizando en una parrilla de agitación a 900rpm durante una hora con una temperatura de 30 °C.
- c) Completado el periodo de homogenización del Copolímero en medio acido, se deja caer por goteo en la solución alcalina previamente formada, para así formar una solución final con un pH aproximado de "2".

## 4.1.3.2. Envejecimiento de la solución.

a) Ya con ambas soluciones contenidas en un mismo vaso de precipitado, se continúa la agitación a 35°C durante un periodo de 24 horas, en el cual se deberá controlar el pH de "2" en la solución durante cada hora mediante el uso de un potenciómetro (en el trascurso de este periodo se abarca el envejecimiento de la solución), de ser necesario se agrega ácido clorhídrico por goteo para conserva la acidez.



## 4.1.3.3. Tratamiento hidrotermal.

- a) El horno de secado a usar se somete a un precalentamiento hasta alcanzar la temperatura de 100°C (esto puede realizarse 30 minutos previos a finalizar el periodo de envejecimiento).
- b) Dentro de un reactor de acero inoxidable, se introduce la solución obtenida del periodo de envejecimiento, asegurándose de tener un sistema cerrado herméticamente al usar cinta de teflón en la rosca del cierre.
- c) Se coloca el reactor dentro del horno de secado una vez alcanzado los 100°C, durante un lapso de 24 horas.
- d) Se debe mantener una temperatura constante a presión autógena durante todo el periodo del tratamiento hidrotermal.

## 4.1.3.4. Lavados del sedimento solido.

- a) Completado el periodo del tratamiento hidrotermal, se retira del horno el reactor de acero con la ayuda del equipo de protección, para someterlo a un enfriamiento por contacto directo con un flujo de agua a temperatura ambiente.
- b) Una vez que el reactor alcance la temperatura ambiente, se extrae el producto formado para colocarlo dentro de una probeta de 100ml.
- c) Con agua destilada de una pizeta, se extrae cualquier residuo contenido en el reactor, y se deposita dentro de la probeta hasta completar los 60ml.
- d) El volumen final del producto son repartidos en 6 tubos con tapa para centrifuga, asegurando que tengan el mismo peso.
- e) Se colocan los tubos dentro de una centrifuga refrigerada a 3000rpm durante 10min con una temperatura de 30°C.
- f) Con una pipeta volumétrica de 5ml se retira el fluido sobrenadante de cada tubo, procurando no succionar la fase solida sedimentada.
- g) El sedimento formado se extrae con un lavado de agua destilada, procurando usar el mínimo de este liquido, para así colocarlo dentro de un vaso de precipitado de 50ml.

## 4.1.3.5. Secado del producto.

- a) El sedimento recolectado dentro del vaso de precipitado es colocado en el horno de secado a 110°C durante un periodo de 12 horas.
- b) El producto seco se somete a calcinación a 600°C por 6 horas con una rampa de crecimiento de 1.5°C por minuto.
- c) Una vez completada la calcinación, se extrae el polvo obtenido para así pesarlo (con ayuda de un vidrio de reloj) en una balanza analítica.
- d) El polvo obtenido se pulveriza en un mortero pequeño y se almacena en una bolsa de plástico con cierre hermético.



## 4.1.4. Técnicas de caracterización.

Para dar inicio a la caracterización de los materiales sintetizados se siguió el procedimiento que a continuación se explica.

Figura 11. Esquema del procedimiento: Caracterización del material sintetizado.



- 4.1.4.1. Difracción de" rayos X"
  - a) Se coloca alrededor de 0.1g de muestra a analizar dentro de la portamuestra rotatorio.
  - b) Se hace incidir el haz de rayo X (de manera automatizada) sobre la muestra.
  - c) Se lee el Difractograma en la computadora del equipo.

4.1.4.2. Microscopia electrónica de barrido.

- d) Se coloca alrededor de 0.1g de muestra a analizar dentro de la portamuestra con recubrimiento de carbono.
- e) Se hace incidir el haz de electrones (de manera automatizada) sobre la muestra.
- f) Se lee el análisis químico del porcentaje atómico de la muestra que la computadora del equipo revela. Además de visualizar la estructura de la muestra a tamaño micro y nano, buscando la mejor resolución en la imagen captada.



## 4.2. Descripción de las actividades realizadas.

## 4.2.1. Cronograma de actividades.

Cronograma descrito con un total de 19 semanas en un periodo de 4 meses.

Tabla 11. Cronograma de actividades en el periodo de Agosto-Diciembre 2016.

Fechas.			08/Ago./2016 05/Sept./2016 04/Sept./2016 02/Oct./2016			03/Oct./2016 30/Oct./2016			31/Oct./2016 27/Nov./2016			28/Nov./2016 16/Dic./2016							
Actividad.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
Revisión bibliográfica. Caracterización de residuos.																			
Pruebas de preparación del material y caracterización.																			
Redacción de la tesis.																			

## 4.2.2. Experimentaciones realizadas.

Para el análisis de la fase experimental, se desglosa en la tabla 12 todas las características involucradas para la síntesis de cada una de las muestras, las cuales fueron rotuladas con el nombre descrito en la última columna.

Tabla 12. Características experimentales de cada muestra.

Proceso.	Fecha.	Temperatura.	Tiempo.	Equipo.	Reactivos.	Cantidades.	Producto.	Nombre.
Pre-tratamiento del residuo.	20- sep-16	300°C	15 minutos.	Mufla.	Residuo SIDESA y NaOH	69.838g y 104.757g	174.595g	A1
Tratamiento del residuo.	20- sep-16	550°C	2 horas.	Mufla.	-	-	154.69 g	A1
Tratamiento hidrotermal.	21- sep-16	95°C	16 horas.	Horno.	Muestra A1 + Agua	20g + 200ml.	-	C1
Lavado en centrifuga.	26- sep-16	30°C	5 minutos.	Centrifuga.	C1	-	-	C1
Secado.	26- sep-16	110°C	16 horas.	Horno.	C1	-	0.964g	C1
Agitación.	27- sep-16	-	1 hora.	Parrilla magnética.	Muestra A1 + Agua	5g + 50 ml	-	C2
Tratamiento hidrotermal.	27- sep-16	95°C	16 horas.	Horno.	C2	-	-	C2
Lavado en centrifuga.	28- sep-16	30°C	5 minutos.	Centrifuga.	C2	-	-	C2
Secado.	28- sep-16	110°C	12 horas	Horno.	C2	-	0.365g	C2
Agitación.	03-oct- 16	-	1 hora.	Parrilla magnética.	Muestra A1 + Agua	2gr + 40 ml	-	C3
Tratamiento hidrotermal.	03-oct- 16	95°C	16 horas.	Horno.	C3	-		C3
Lavado en centrifuga.	04-oct- 16	30°C	5 minutos.	Centrifuga.	C3	-	-	C3
Secado.	04- sep-16	110°C	12 horas	Horno.	C3	-	0.06g	C3



STIEK.								
Agitación.	06-oct- 16	-	1 hora.	Parrilla magnética.	Muestra A1 + Agua	2g + 40 ml	-	C4
Tratamiento hidrotermal.	06-oct- 16	120°C	24 horas.	Mufla.	C4	-	-	C4
Lavado en centrifuga.	07-oct- 16	30°C	5 minutos.	Centrifuga.	C4	-	-	C4
Secado.	10-oct- 16	110°C	12 horas	Horno.	C4	-	0.222g	C4
Agitación.	10-oct- 16	-	1 hora.	Parrilla magnética.	Muestra A1 + Agua	2g + 40 ml	-	C5
Tratamiento hidrotermal.	10-oct- 16	120°C	24 horas.	Horno.	C5	-	-	C5
Lavado en centrifuga.	11-oct- 16	30°C	5 minutos.	Centrifuga.	C5	-	-	C5
Secado.	11-oct- 16	110°C	12 horas	Horno.	C5	-	0.113g	C5
Agitación.	12-oct- 16	-	1 hora.	Parrilla magnética.	Muestra A1 + Agua	2g + 40 ml	-	C6
Tratamiento hidrotermal.	12-oct- 16	120°C	48 horas.	Horno.	C6	-	-	C6
Lavado en centrifuga.	14-oct- 16	30°C	5 minutos.	Centrifuga.	C6	-	-	C6
Secado.	17-oct- 16	110°C	12 horas	Horno.	C6	-	0.122g	C6
Agitación.	14-oct- 16	-	1 hora.	Parrilla magnética.	Muestra A1 + Agua	2g + 40 ml	-	C7
Tratamiento hidrotermal.	14-oct- 16	120°C	72 horas.	Horno.	C7	-	-	C7
Lavado en centrifuga.	17-oct- 16	30°C	5 minutos.	Centrifuga.	C7	-	-	C7
Secado.	18-oct- 16	110°C	12 horas	Horno.	C7	-	0.140g	C7
Agitación.	24-oct- 16	-	1 hora.	Parrilla magnética.	Muestra A1 + Agua	2g + 40 ml	-	C8
Tratamiento hidrotermal.	24-oct- 16	120°C	24 horas.	Horno.	C8	-	-	C8
Lavado en centrifuga.	25-oct- 16	30°C	5 minutos.	Centrifuga.	C8	-	-	C8
Secado.	25-oct- 16	110°C	12 horas	Horno.	C8	-	0.055g	C8
Agitación del medio alcalino.	02- nov-16	30°C	1 hora.	Parrilla magnética.	Muestra A1 + Agua	3.58g + 75.8 ml	-	C9
Disolución en medio ácido.	02- nov-16	35°C	3 horas	Parrilla magnética.	Copolímero + HCI	1.074 g + 7.2 ml	-	C9
Periodo de envejecimiento	02- nov-16	35°C	15- 24horas	Parrilla magnética.	C9	-	-	C9
Tratamiento hidrotermal.	03- nov-16	100°C	24 horas.	Horno.	C9	-	-	C9
Lavado en centrifuga.	04- nov-16	30°C	5 minutos.	Centrifuga.	C9	-	-	C9



STIER								
Secado.	07- nov-16	110°C	24 horas	Horno.	C9	-	-	C9
Calcinación.	08- nov-16	600°C	6 horas	Mufla.	C9	-	1.015g	C9
Agitación.	17- nov-16	30°C	1 hora.	Parrilla magnética.	Muestra A1+Agua+NaOH	2 g + 40ml + 3.6 g	-	C10
Tratamiento hidrotermal.	17- nov-16	120°C	24 horas.	Horno.	C10	-	-	C10
Lavado en centrifuga.	18- nov-16	30°C	5 minutos.	Centrifuga.	C10	-	-	C10
Secado.	18- nov-16	110°C	12 horas	Horno.	C10	-	0.130g	C10
Agitación.	22- nov-16	30°C	1 hora.	Parrilla magnética.	Muestra A1+Agua+NaOH	2g + 40ml + 3.6g	-	C11
Tratamiento hidrotermal.	22- nov-16	120°C	48 horas.	Horno.	C11	-	-	C11
Lavado en centrifuga.	24- nov-16	30°C	5 minutos.	Centrifuga.	C11	-	-	C11
Secado.	24- nov-16	110°C	12 horas	Horno.	C11	-	0.110g	C11
Agitación.	24- nov-16	30°C	1 hora.	Parrilla magnética.	Muestra A1+Agua+NaOH	2 g + 40 ml + 3.6 g	-	C12
Tratamiento hidrotermal.	24- nov-16	120°C	72 horas.	Horno.	C12	-	-	C12
Lavado en centrifuga.	28- nov-16	30°C	5 minutos.	Centrifuga.	C12	-	-	C12
Secado.	28- nov-16	110°C	12 horas	Horno.	C12	-	0.070g	C12
Agitación.	29- nov-16	30°C	1 hora.	Parrilla magnética.	Muestra A1+Agua+NaOH	2 g + 40 ml + 3.6 g	-	C13
Tratamiento hidrotermal.	29- nov-16	120°C	144 horas.	Horno.	C13	-	-	C13
Lavado en centrifuga.	05-dic- 16	30°C	10 minutos.	Centrifuga.	C13	-	-	C13
Secado.	05-dic- 16	110°C	12 horas	Horno.	C13	-	g	C13
Caracterización de la muestra.	28- nov-16	-	3 horas	DRX	C1	0.1g	-	-
Caracterización de la muestra.	29- nov-16	-	6 horas	DRX y EMB	C2	0.1g	-	-
Caracterización de la muestra.	30- nov-16	-	3 horas	EMB	C3	0.1g	-	-
Caracterización de la muestra.	01-dic- 16	-	3 horas	EMB	C4	0.1g	-	-
Caracterización de la muestra.	02-dic- 16	-	6 horas	DRX y EMB	C5	0.1g	-	-
Caracterización de la muestra.	05-dic- 16	-	3 horas	EMB	C6	0.1g	-	-
Caracterización de la muestra.	06-dic- 16	-	6 horas	DRX y EMB	C7	0.1g	-	-



Caracterización de la muestra.	07-dic- 16	-	6 horas	DRX y EMB	C9	0.1g	-	-
Caracterización de la muestra.	08-dic- 16	-	3 horas	DRX	C10	0.1g	-	-
Caracterización de la muestra.	09-dic- 16	-	6 horas	DRX y EMB	C12	0.1g	-	-

Además del periodo de trabajo de laboratorio antes detallado en la tabla 12, se desarrollo un trabajo de investigación en la biblioteca del instituto durante el lapso de tiempo entre el 8 de agosto del 2016 al 19 de septiembre del 2016.

En donde se consultaron fuentes de información bibliográfica y artículos científicos de plataformas virtuales.



## Capitulo.5 Resultados.





## 5.1. Observaciones de la fase experimental.

A continuación se describen las observaciones hechas durante la experimentación con las muestras: C1 a C7, C9, C10 y C12.

Tabla 13. Observaciones de la fase experimental.

- La investigación previa sobre la síntesis de la zeolita Y determinó que el tratamiento hidrotermal deberá ser a 95°C por 12 horas, pero ante la disponibilidad de horario del laboratorio de trabajo, se decidió prolongar el tiempo a 16 horas.
- Posterior al tratamiento hidrotermal se aplicó un lavado al solido formado dentro del reactor de acero, esto mediante centrifugación con agua destilada durante 5 minutos a 3000 rpm con un total de cuatro lavados.
  - La zeolita formada es secado en un horno a 110°C durante 12 horas, con esto se obtuvo un sólido seco con el que es más fácil realizar pruebas de caracterización.
  - En la muestra C2 se observó la necesidad de un periodo de agitación previo al tratamiento hidrotermal, con el fin de asegurar la disolución completa de la materia prima en el medio acuoso y evitar sobresaturaciones en algún punto de este sistema (como la formación de precipitados en el fondo del medio).
- El 10% de materia prima dentro del medio acuoso no permitió lograr la completa disolución después de 1 hora de agitación continua (en parrilla magnética a 350 rpm.) por lo que se decidió reducir el porcentaje a un 5%, con el cual se logró una mejor disolución en las mismas condiciones, mas sin embargo se observó la presencia de un residuo de coloración oscura, el cual en todas las experimentaciones se precipitó y no se integró a la solución deseada.
  - El residuo oscuro que se observó sedimentar en todas las experimentaciones, es caracterizado para encontrar su composición física, este análisis determinó que el sedimento oscuro tiene un alto grado de porosidad, pero su presencia no afectaba a la cristalización de la muestra "C3".
- El aspecto físico de las muestras con el residuo oscuro (desde un punto de vista macroscópico) mostró diferencias en el color en comparación con aquellas muestras a las que no se le retiro dicho residuo, pero al no existir diferencia relevante en la porosidad de la muestra se decidió continuar trabajando en presencia del residuo.
  - En el análisis de microscopia electrónica se identificó alto contenido de hierro en la muestra C3, el cual se cree que retrasa el proceso de tratamiento térmico ocasionando una formación de cristales incompleta (además de tener un tamaño más pequeño del esperado), por lo anterior se decidió aumentar la temperatura y el tiempo en este punto para compensar estas variaciones. Se define un periodo de 24 horas a 120 °C dentro del reactor de acero a presión autógena.
  - La muestra C4 recibió su tratamiento hidrotérmico dentro de una mufla, pero se obtuvo un producto con apariencia física arenosa, además de tener una coloración diferente a la esperada.
- El rendimiento de muestra solida seca incrementó el doble, pero ante las características macroscópicas físicas observadas se pone en duda el producto obtenido, por lo que se repite la experimentación conservando las mismas variables, pero trabajando en el horno de secado.



C5

- Al comparar el producto obtenido en el horno de secado con el producto obtenido de la mufla se observó una clara diferencia entre en las características físicas, por lo que se sospecha una diferencia en la forma de aplicar calor en cada equipo (esto teniendo en cuenta que todas las variables de la síntesis son iguales en ambas experimentaciones, exceptuando el equipo usado como fuente de calor).
- Una sustancia gelatinosa de color ámbar se observó a partir de las experimentaciones con 24 horas. Dicha sustancia parece ser una fase intermedia durante el proceso de cristalización.
- Con la muestra "C5" Se obtuvo un producto con las características macroscópicas antes vistas, con la diferencia de mostrar una disminución del volumen del medio acuoso contenido en el reactor de acero una vez finalizado el tratamiento hidrotérmico, se creé que al incrementar el tiempo de cristalización, mas moléculas de agua intervienen en la formación de cristales y por lo consecuente reaccionan durante el tratamiento hidrotérmico.
- A partir de esta experimentación se observó que se obtiene en promedio 0.1g de producto solido seco por cada 2g de materia prima (A1) usada.
- Al experimentar la muestra "C6" se encontró la necesidad de determinar el periodo del tratamiento hidrotérmico ideal para completar la formación de cristales en la síntesis de zeolita Y, por lo que se decidió entonces realizar dos experimentaciones con tiempos de residencia mayores (48 y 72 horas).
  - Las muestras que recibieron 48 y 72 horas de tratamiento hidrotérmico mostraron una disminución del medio en el cual estaban al finalizar el periodo de cristalización, mas sin embargo no se aprecia un incremento considerable del rendimiento en la formación de zeolitas, partiendo del residuo SIDESA.
- El residuo negro (el cual se cree es de hierro en su mayoría) mostraba estar más integrado durante los lavados en centrifuga, esto al no separarse en una fase distinta a la de la zeolita formada (mientras que en las experimentaciones con un periodo de residencia menor a 24 horas, se apreciaba con claridad la fase de este residuo), mas no se ha comprobado que el hierro este integrado homogéneamente a la fase de la zeolita.
  - Con la muestra C9 se buscó la formación del material SBA-15 dentro de un medio acido con pH igual a 2.
  - La relación residuo / Copolímero a seguir fue la misma que se manejo con la relación de residuo / NaOH para la "zeolita Y", siendo una relación de 1/1.5
- C9 Las proporciones calculadas de cada reactivo se adaptaron para un volumen de 40 ml de solución total.
  - Al tratar con "C9" se descubrió que la sustancia pierde acidez en función del tiempo, en consecuencia se agregó por goteo más ácido clorhídrico para conservar el pH de 2.
- Durante la caracterización de la muestra "C5" se observó una falta de formación de zeolita Y, por lo que en la muestra "C10" se decidió incrementar al agente director de la reacción hasta una concentración de sosa de 3 M (además de aplicar calor a 30°C durante el periodo de envejecimiento).



С

12

- La muestra "C12" resaltó de las demás la experimentaciones para la síntesis de Zeolita Y debido a que se observó una formación gelatinosa post-tratamiento hidrotermal, además de mostrar la formación de granos muy finos de coloración amarillenta y brillosos, los cuales estaban impregnados en la pared del reactor de acero.
- El producto final obtenido mostró una cantidad muy baja en comparación de las muestras previas; por lo anterior se cree que la formación de los cristales está en una fase primaria, lo que ocasiona que estos queden flotando en el flujo de agua que se retiró durante la centrifugación. Ante esto se propone incrementar las horas de tratamiento hidrotermal, con la finalidad de completar esta fase.

## 5.2. Resultados de difracción de "rayos X"

A continuación se describen las difractogramas obtenidos en la caracterización de las muestras: Residuo SIDESA, C1, C2, C5, C7, C9, C10, C12.



Tabla 14. Caracterización por "rayos X".











## 5.3. Resultados de Microscopia electrónica de barrido.



## Tabla 15. Perfil de muestra en Microscopia Electrónica de Barrido.

















La caracterización de las muestras obtenidas en el proceso de síntesis para la formación de "zeolita Y" y material "SBA-15" revelan:

- En el caso de la muestra C2 a 5µm se observa material amorfo sin ninguna estructura fija, al observa en 1µm se observa la aglomeración de material en forma de cerdas delgadas y cortas pero sin llegar a un patrón geométrico.
- En el caso de la muestra C3, se observa características similares a las vistas en la muestra C2
- En la muestra C4 se sigue observando las mismas características que en las muestras previas, con la diferencia que se puede apreciar escasas formaciones de material circular (observación 1).
- En la muestra C5 se sigue observando características similares a la muestra C4, con una mayor presencia de material con forma circular que el observado en muestras previas (observación 2).
- En la muestra C6 se observa mayor formación de material circular pero de un tamaño microscópico que dificulta su diferenciación, dando la perspectiva de que el material se encuentra aglomerado entre ellos
- En la muestra C7 es más fácil de percibir la formación de material con estructura circular, además de mostrar material de estructura tubular. A 5 µm se percibe en mayor cantidad la estructura del material formado (observación 3).
- En la muestra C9 no logra percibirse la estructura mesoporosa del material SBA-15, se sospecha que durante el proceso de calcinación, esta estructura se vio afectada ante las variaciones altas de temperaturas en un lapso de tiempo corto.
- En la muestra C12 es claro el efecto que genera el incremento de sosa dentro de la síntesis del material, ya que se puede apreciar de manera más clara la presencia de material con estructura circular, rectangular y cuadrada (observación 4). Sin embargo, hasta el momento no se logra apreciar la presencia de la estructura en forma de rombo característica de la zeolita "Y".
- Como se puede observa, la cristalización del material aumenta en función del tiempo y la concentración de hidróxido de sodio, mas sin embargo aun es una fase temprana de caracterización para asegurar la presencia de Zeolita "Y".

Dentro del estudio de Microscopia electrónica de barrido, también se puede determinar el porcentaje másico de cada elemento contenido en la muestra, este valor es fundamental ya que en base a esto se determinar la relación Si/Al, que en el caso de ser zeolita "Y", tendrá un valor mayor o igual a 3. Dicha relación no sirve para la identificación de material "SBA-15", debido a que en estos materiales solo se aprecia un alto contenido de silicio con un bajo o nulo porcentaje de aluminio.





## Tabla 16. Porcentaje másico de las muestras caracterizadas.









R.S= residuo SIDESA, fuente de aluminosilicato.

Se detecta una presencia de hierro fuera del porcentaje presente en la muestra SIDESA, esta presencia es resultados del desprendimiento del hierro de las paredes del reactor usado para la fase de tratamiento hidrotermal. Para solucionar este error, los porcentajes de cada elemento se arreglaron en función del porcentaje de hierro que está presente naturalmente en el residuo SIDESA.



## Capitulo.6 Conclusiones del proyecto.





## 6.1. Conclusiones.

- 6.1.1. Conclusiones en la síntesis de la "zeolita Y".
  - Al comparar las fases de cristalización de las muestras destinadas a formar zeolita "Y", se observa que ante el incremento de hidróxido de sodio en la concentración de la solución que se somete a tratamiento hidrotermal, aumentará la cristalinidad (la formación de material con estructura ordenada).
  - La dependencia a la concentración de hidróxido de sodio radica en dos puntos, el primero es debido al efecto que provoca el ión de hidróxido en la formación de la estructura del material, ya que este actúa como agente director del tratamiento hidrotermal. El segundo factor está en la influencia que genera el metal alcalino (Na) en la formación de los poros microscópicos, influyendo a la vez en la carga electrónica y polaridad del material, esto cuando ocupa lugar de uno de los cationes que fluyen durante la formación de las unidades tetraédricas del material durante la formación de cristales.
  - La variable más relevante durante la síntesis del material es la temperatura, esto es apreciable al comparar la muestra sometida a 95°C en el tratamiento hidrotermal con la muestra de 120°C, siendo el último caso la muestra que mejor formación de cristales tiene.
  - Hasta este punto del trabajo es imposible asegurar la formación de la zeolita "Y" con solo dos técnicas de caracterización, por lo que resulta importante estudiar a la vez pruebas de área superficial, que además nos indicará su capacidad de adsorción (entre mayor área superficial tenga el material, mejor será la adsorción que se genere).
  - Cabe destacar que la presencia de hidroxicancrenita (una fase intermedia de la formación de la zeolita "Y"), es debido a que el proceso del tratamiento hidrotérmico no llega a completar la nucleación, ocasionando que la formación de cristales sea deficiente, se tiene la sospechas que la presencia de material contaminante (como el hierro) ralentiza la fases previas a la nucleación, lo que ocasiona que se necesite mayor tiempo de tratamiento hidrotermal para lograr alcanzar el periodo de formación de material cristalino.
  - Una posible solución al efecto negativo que provoca el material contaminante presente en el residuo SIDESA (como el hierro), es inducir a un tratamiento acido que permita tomar al producto intermedio ya formado (hidroxicancrenita) y convertirlo en su forma final (Zeolita Y), esto claro considerando tener la menor cantidad de consumo de reactivos para evitar el incremento excesivo de costos.



## 6.1.2. Conclusiones de la síntesis del material "SBA-15"

- En la síntesis de material mesoporoso, se observa una fuerte dependencia con la cantidad de Copolímero presente durante el tratamiento hidrotermal, ya que este actúa como agente director del proceso ya que actúa como un molde en el cual se forma el material.
- Al igual que con la zeolita "Y", la temperatura resulta la variable más importante a controlar durante el tratamiento hidrotermal.
- Se requiere conservar la acidez de la solución formada previa al tratamiento hidrotermal ya que en estas condiciones se logra acelerar el periodo de inducción de la cristalización, en el cual dará comienzo a la formación de la estructura base que posteriormente se moldeara con la forma de las micelas del Copolímero. Además de requerir un mayor control de la concentración de agua de la solución, ya que esta genera una influencia directa en la parte hidrófobica de las micelas que se forman por interacción con el Copolímero.

## 6.2. Recomendaciones.

- Es de suma importancia respetar la rampa de calentamiento del proceso final de calcinación presente en la formación del material SBA-15, para asegurar la total eliminación del material orgánico sin afectar la estructura formada.
- Se requiere de un control estricto de la temperatura y tiempo de reacción en el periodo del tratamiento hidrotermal.
- Es de importancia el periodo de envejecimiento previo al tratamiento hidrotermal, esto debido a que aquí se generan las etapas previas a la formación de cristales.
- Durante el periodo de lavados, resulta conveniente realizarlo con agua caliente, para facilitar la dilución de todos aquellos residuos formados.
- Es importante asegurar que el proceso del tratamiento hidrotermal se lleve a cabo en un sistema cerrado, para evitar fugas de agua, y en consecuencia, una formación de cristales decadente.



## Capitulo.7 Competencias desarrolladas y/o aplicadas.





## 7.1. Lista de competencias desarrolladas y/o aplicadas.

- a) Investigar, generar y aplicar conocimiento científico que permite identificar y resolver problemas de sobre conservación del medio ambiente y adaptación de procesos experimentales.
- b) Colaborar en equipos interdisciplinarios y multiculturales en el ámbito laboral, con actitud innovadora, espíritu crítico, disposición al cambio y apego ética profesional.
- c) Utilizar las tecnologías de la información y comunicación como herramientas en la construcción de soluciones a problemas de ingeniería y difusión del conocimiento científico y tecnológico.
- d) Realizar innovación y adaptación de un proceso aplicando la metodología científica, con respecto a la propiedad intelectual.
- e) Utilizar un segundo idioma en el ámbito laboral según los requerimientos del entorno.
- f) Comunicarse en forma oral y escrito en el ámbito laboral de manera expedita y concisa.
- g) Poseer actitudes de superación continua para lograr metas personales y profesionales con pertinencia y competitividad.
- h) Dar seguimiento a programas de operación y mantenimiento a equipos e instalaciones, control de producción y productividad.



# Capitulo.8 Fuentes de información.





## 8.1. Fuentes bibliográficas

- 1. Baerlocher, Ch., McCusker,L.B., & Olson, D.H.. (2007). Atlas of zeolite framework types. Piscataway, NJ 08854, EE.UU.: ELSEVIER.
- Gómez, P. (2011). Tectosilicatos con caracteristicas especiales: Las zeolitas naturales, Madrid,Editorial Fundacion Gómez-Pardo.
- 3. Yafei Zhao , Bing Zhang , Yanwu Zhang , Jinhua Wang , Jindun Liu & Rongfeng Chen. (2010, mayo 06). Removal of Ammonium from Wastewater by Pure Form Low-Silica Zeolite Y Synthesized from Halloysite Mineral. Separation Science and Technology, 45, 8. 2016, septiembre 12, De Taylor & Francis Base de datos.
- Araújo, Ana P., & Rodrigues, Meiry G.F. (2002, Diciembre). Influencia del intercambio iónico de clinoptilolita natural en la cinetica de adsorción de CO2, N2 y CH4 a 20°C. Journal of the Mexican Chemical Society, 46, 324-329. 2016, Agosto 11, De Scopus. Base de datos.
- Armenta, A., Iglesias, P., & Eugenia, M. (2011, Agosto 16). Síntesis de una membrana zeolítica de tipo y soportada en α- alúmina: efecto del tratamiento térmico sobre la estructura. Avances en Ciencias e Ingeniería, 3, 51-58. 2012, Septiembre, De Exeedu.com Base de datos.
- Fengsheng, S., Chungsying, L., Shih-Chun, K., & Wanting z.. (2009, Diciembre 21). Adsorption of CO2 on Amine-Functionalized Y-Type Zeolites. Energy Fuels 2010, 24, 1441-1448. 2010, Enero 13, De Energy&Fuels Base de datos.
- Madden, D., & Curtin, T.. (2016, Marzo 30). Carbon dioxide capture with amino-functionalised zeolite-b: A temperature programmed desorption study under dry and humid conditions. Microporous and Mesoporous Materials, 228, 310-317. 2016, De ELSEVIER Base de datos.
- Rodríguez. P., Aguirre F., Sosa, E., García, E., Villarroel, M., Uzcategui, A., del Castillo, H., Bastardo, E., & Imbert, F. . (2008, Octubre 16). Síntesis y caracterización de catalizadores mesoporosos del tipo mcm-41 y sba-15 modificados con ácido tungstofosfórico. Sociedad Química de Perú, 4, 464-472. 2016, Agosto 31, De Scopus. Base de datos.
- Zeynep, S.E., Sinem, T., Gamze, G., Leyla, T.Y., Sreeparna, B. & Aysen, Y.. (2016, Agosto 19). Improved solubility of celecoxib by inclusion in SBA-15 mesoporous silica: Drug loading in different solvents and release. Microporous and Mesoporous Materials, 235, 211-223. 2016, Septiembre 13, De ELSEVIER Base de datos.



- 10. Colque, M.T., & Sánchez, V.E.. (2007, Marzo). Los gases de efecto invernadero: ¿Por qué se produce el calentamiento global?. Noviembre 28, 2016, de LABOR Base de datos.
- Ahmed, K., Rehman, F., Pires, C., Rahim, A., Santos, A., & Airoldi, C.. (2016, Agosto 31). Aluminum doped mesoporous silica SBA-15 for the removal of remazol yellow dye from water. Microporous and Mesoporous Materials, 236, 167-175. 2016, septiembre 9, De ELSEVIER Base de datos.
- 12. Vijayakumar, E., & Sangeetha, D.. (2015, mayo 5). A quaternized mesoporous silica/polysulfone composite membrane for an efficient alkaline fuel cell application. RSC Advances, 5, 42828-42835. 2016, septiembre19, De Royal Society of Chemistry Base de datos.
- López, P., Praile, L.P., & Domingo, C. (2013, octubre 28). Regenerable solid CO2 sorbents prepared by supercritical grafting of aminoalkoxysilane into low-cost mesoporous silica. The Journal of Supercritical Fluids, 85, 68-80. 2016, septiembre 02, De ELSEVIER Base de datos.
- Chica, A., Strohmaier, K., & Iglesia, E. (2005, Abril 30). Effects of zeolite structure and aluminum content on thiophene adsorption, desorption, and surface reactions. Applied Catalysis: Environmental, 60, 223-232. 2016, septiembre 2, De ELSEVIER Base de datos.
- 15. Silva, B., Figueiredo, H., Soares, O., Pereira, M., Lewandowska, A., Bañares, M., Neves I., & Tavares, T. (2012, Febrero 10). Evaluation of ion exchange-modified Y and ZSM5 zeolites in Cr(VI) biosorption and catalytic oxidation of ethyl acetate. Applied Catalysis B: Environmental, 117-118, 406-413. 2016, septiembre 9, De ELSEVIER Base de datos.
- 16. Marquez, C., & Sánchez M.. (2008). Una aproximación vibracional al estudio in situ de los procesos de síntesis de tamices moleculares: obtención de sílice mesoporosa y de aluminosilicatos Mesoporosos a partir de precursores de zeolitas. UAM, Madrid.
- Villavicencio, C., Molina, A., & Fernández, L.. (2009, junio). Estudio de la adsorción de aniones sobre zeolitas sintéticas modificadas con surfactantes. Revista de la Facultad de Ingeniería U.C.V, 24, 95-107, 2016, Diciembre 6, De Scopus. Base de datos.
- 18. Zhao, Y., Zhang, B., Zhang, Y., Wang, J., Liu, J., & Chen R. (2010, mayo 10). Removal of Ammonium from Wastewater by Pure Form Low-Silica Zeolite Y Synthesized from Halloysite Mineral, Separation Science and Technology, 45:8, 1066-1075, 2016, Diciembre 6, taylor&Francis. Base de datos.



- Chaehoon, K., Sung, H., Chang, S., Cho, S., & Choi, M.. (2010, Enero 13). Adsorption of CO2 on Amine-Functionalized Y-Type Zeolites. Energy & Fuels, 24, 1441-1448, 2016, septiembre 2, De Scopus. Base de datos.
- 20. Fengsheng, S., Chungsying, L., Shih-Chun, K., & Wanting, Z. (2016, Marzo 16). An ethylenediamine-grafted Y zeolite: a highly regenerable carbon dioxide adsorbent via temperature swing adsorption without urea formation. Energy & Enviromental Science, 9, 1803, 2016, Agosto 31, De Royal Society of Chemistry. Base de datos.
- 21. Coughlan, B., & KilMartin, S. (1975, Enero 01). Zeolites X, Y and A enriched with Trivalent Cations: Sorption of Carbon Dioxide and Ammonia. Isotherms and Affinities, 1, 1809-1817, 2016, Agosto 31, De Scopus. Base de datos.
- 22. Hammond, C. "Introduction to Crystallography". Royal Microscopical Society, Microscopy Handbooks 19. Oxford Science Publications. Oxford, 1990.
- 23. Willard, H.H.; Merritt, L.L. jr.; Dean, J.A. y Settle, F.A. jr.
  "Métodos Instrumentales de Análisis", Grupo Editorial Iberoamerica. Mejico, 1991
- 24. Albella, J.M.; Cintas, A.M.,; Miranda, T. y Serratosa, J.M. "Introducción a la Ciencia de Materiales: Técnicas de preparación y caracterización". Textos Universitarios nº 20,C.S.I.C., Madrid 1993.
- 25. Miguel Angel Llorente Uceta y Arturo Horta Zubiaga. Técnicas de Caracterización de polímeros. UNED, Madrid, 1991
- 26. Martin, J.A.. La microscopía para el studio de materials y láminas delgadas. Piscataway, Scopus.
- 27. Gao, W., Butler, D., & Tomasko, D.L.. (2004, Junio 23). High-Pressure Adsorption of CO2 on NaY Zeolite and Model Prediction of Adsorption Isotherms. Langmuir, 20, 8083-8089, 2016, Septiembre 02, De Scopus. Base de datos.

## 8.2. Fuente virtual.

- 28. Dept. de Cristalografía y Biol. Estruc. (2016). 1. Estructura de los cristales. octubre 13, 2016, de CSIC. Sitio web: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte\_01.html
- 29. Dept. de Cristalografía y Biol. Estruc. (2016). 2. Los rayos X. octubre 13, 2016, de CSIC. Sitio web: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte\_02.html
- 30. Dept. de Cristalografía y Biol. Estruc. (2016). 3. Simetría de los cristales. octubre 13, 2016, de CSIC. Sitio web: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte\_03.html
- 31. Dept. de Cristalografía y Biol. Estruc. (2016). 4. Redes directa y reciprocas. octubre 13, 2016, de CSIC. Sitio web: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte\_04.html



- 32. Dept. de Cristalografía y Biol. Estruc. (2016). 5. Dispersión y difracción. octubre 13, 2016, de CSIC. Sitio web: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte\_05.html
- 33. Dept. de Cristalografía y Biol. Estruc. (2016). 6. Difracción experimental. octubre 13, 2016, de CSIC. Sitio web: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte\_06.html
- 34. Dept. de Cristalografía y Biol. Estruc. (2016). 7. Resolución estructural. octubre 13, 2016, de CSIC. Sitio web: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte\_07.html
- 35. Dept. de Cristalografía y Biol. Estruc. (2016). 8. El modelo estructural. octubre 13, 2016, de CSIC. Sitio web: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte\_08.html









### 9.1. Carta de presentación.

10.65S





TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez

> Tuxtla Gutiérrez, Chis., No.de oficio: DGTyV/1765

> > Fecha: 04/08/2016

ASUNTO: PRESENTACIÓN DEL ALUMNO Y AGRADECIMIENTO

Dr. Luis Arturo Godinez Mora-Tovar Director General del CIDETEQ Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, SC. (CIDETEQ) Pedro Escobedo (Querétaro) P R E S E N T E

El Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez, tiene a bien presentar a sus finas atenciones al (la) alumno(a): Pérez González Arturo número de control 12270570 carrera de: Ingenieria Química quien desea desarrollar en ese organismo el proyecto de Residencias Profesionales denominado Desarrollo de materiales funcionales a partir de residuos para la captura de CO2 Cubriendo un total de 500 horas, en un periodo de cuatro a seis meses, en el periodo Agosto-Diciembre 2016.

Es importante hacer de su conocimiento que todos los alumnos que se encuentran inscritos en esta Institución cuentan con un seguro contra accidentes personales con la empresa Aseguradora Interacciones S.A. de C.V. Según póliza No. 100 6861100, e inscripción en el IMSS.

Así mismo, hacemos patente nuestro sincero agradecimiento por su buena disposición y colaboración para que nuestros alumnos, aun estando en proceso de formación, desarrollen un proyecto de trabajo profesional, donde puedan aplicar el conocimiento y el trabajo en el campo de acción en el que se desenvolverán como futuros profesionistas.

Al vernos favorecidos con su participación en nuestro objetivo, sólo nos resta manifestarle la seguridad de nuestra más atenta y distinguida consideración.

DESARROLO

DE CAPITAL HUMANO

ATENTAMENTE 3

LIC HIGINIO GARCIA MENDOZA

0

JEFE DEL DEPTO. DE GESTION TECNOLOGICA Y VINCULACIÓN

SECRETARIA DE EDUCACION PUBLICA Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez Deparamento de Gestión Tecnólogica y Vinculación



C I D E I VESTIGACIÓN Y CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S C



Carretera Panamericana Km. 1080, C. P. 29050, Apartado Postal 599 Tuxtla Gutiérrez, Chiapas; Tels. (961) 61 54285, 61 50380, Commut. Ext. 0 www.ittg.edu.mx

1 7 AGO 2016

eq

Tamela




## 9.2. Carta de aceptación.





Sanfandila, Pedro Escobedo, Qro., 02 de Septiembre del 2016.

## INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TUXTLA GUTIÉRREZ P r e s e n t e,

Asunto: Constancia de Aceptación de Residencia

10 010

DCH- 699/16

Por medio del presente le informamos que el estudiante Arturo Pérez González de la carrera Ingeniería Química del Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez, ha sido aceptado en este Centro de Investigación para realizar su periodo de Residencia, participando dentro de la Subdirección de Biotecnología y Electroquímica Ambiental en el proyecto denominado "Desarrollo de materiales funcionales a partir de residuos para la captura de CO2" bajo la supervisión del Dr. Fabricio Espejel Ayala, durante el periodo comprendido del 08 de Agosto al 08 de Diciembre del año en curso, con un horario de 08:30 a 17:30 Hrs, de lunes a viernes.

Se extiende la presente constancia para los fines que al interesado convengan.

Reciba saludos cordiales.

Atentamente,

L.A. Leticia Bragado Ruiz Subdirección De Desarrollo De Capital Humano

Dr. Fabricio Espejel Ayala Asesor Académico

Conocimientos y tecnologías limpias para el bienestar social CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA S.C.



## 9.3. Carta de liberación.





"2016, Centenario de los Congresos Feministas de Yucatán"

Sanfandila, Pedro Escobedo, Qro., 16 de Diciembre del 2016.

## INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TUXTLA GUTIÉRREZ P r e s e n t e,

Asunto: Constancia de Terminación de Residencia

DCH- 877/16

Por medio del presente le informamos que el estudiante Arturo Pérez González de la carrera Ingeniería Química del Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez, finalizó en este Centro de Investigación su periodo de Residencia, participando dentro de la Subdirección de Biotecnología y Electroquímica Ambiental en el proyecto denominado "Desarrollo de materiales funcionales a partir de residuos para la captura de CO2" bajo la supervisión del Dr. Fabricio Espejel Ayala, durante el periodo comprendido del 08 de Agosto al 08 de Diciembre del año en curso, con un horario de 08:30 a 17:30 Hrs, de lunes a viernes.

Se extiende la presente constancia para los fines que al interesado convengan.

Reciba saludos cordiales.

Atentamente,

L.A. Leticia Bragado Ruiz Subdirección De Desarrollo De Capital Humano

Dr. Fabricio Espejel Ayala Asesor Académico

Conocimientos y tecnologías limpias para el bienestar social CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA S.C.