

## **4. SÍNTESIS DE ZEOLITAS A PARTIR DE EXTRACTOS DE SÍLICE**

---

El objetivo principal de sintetizar zeolitas a partir de los extractos de sílice es elaborar un producto con elevada pureza, ya que mediante la zeolitización por el método tradicional de conversión directa, los productos obtenidos presentan un contenido considerable en impurezas. Así, el producto zeolítico sintetizado por conversión directa contiene fracciones no reactivas de ceniza volante que, además de reducir la capacidad de intercambio catiónico del producto final, pueden contener niveles relativamente elevados de elementos lixiviables, tales como B, Mo, As, V, Cr y Se que pueden limitar el uso de estas zeolitas en el tratamiento de aguas residuales.

Este capítulo se centra en optimizar las condiciones experimentales para sintetizar materiales zeolíticos muy puros. El objetivo inicial del trabajo era producir como mínimo 400 g de zeolita por kg de ceniza volante a partir de los extractos de sílice obtenidos de las cenizas volantes (capítulo 3).

La estrategia de síntesis en este estudio se basa en combinar los lixiviados con elevados contenidos en sílice de las cenizas volantes con aluminio y sodio. Como fuentes de estos dos últimos componentes se han seleccionado soluciones de aluminato sódico procedente de aguas residuales de las plantas de anodizados de aluminio. Así pues, en este proceso se reutilizan dos tipos diferentes de residuos industriales.

Para sintetizar productos zeolíticos a partir de extractos de sílice es necesario establecer unas relaciones estequiométricas de los productos de partida y optimizar las condiciones de gelificación y cristalización para obtener productos de interés industrial (Breck, 1974).

## **4.1. METODOLOGÍA**

### **4.1.1. Síntesis de materiales zeolíticos de elevada pureza**

Como se ha mostrado en la introducción (capítulo 1), las zeolitas se generan en procesos hidrotermales, que incluyen una etapa inicial de formación del gel que aporta todos los componentes químicos necesarios (Breck, 1974 y Kirk y Othmer, 1998). Por ello, para la obtención de este gel y la posterior cristalización de zeolitas, se han utilizado los reactivos y las condiciones que se describen a continuación.

#### □ Reactivos

Las condiciones hidrotermales precisan de un pH alcalino y una supersaturación de los componentes que formaran el gel para dar lugar a la nucleación y cristalización de

zeolita. Para alcanzar estas condiciones, las fuentes de sílice y alúmina empleadas para la síntesis de A y X en esta sección fueron las siguientes:

- Como fuentes de Si se emplearon las dos soluciones siguientes:
  - a) La primera se obtuvo a partir de la ceniza volante Meirama. Se prepararon cinco litros de esta solución en un reactor autoclave BACHILLER de la empresa CLARIANT S.A. (Castellbisbal, Barcelona), con el fin de poder realizar un gran número de experimentos de síntesis. Esta solución se obtuvo a partir de las condiciones de extracción optimizadas en el laboratorio, hasta ese momento, a 90 °C, 6 h, 2M NaOH y una relación líquido/sólido de 3 L/kg. La solución resultante tenía una concentración de 40 g SiO<sub>2</sub>/L, y se utilizó para la mayor parte de los experimentos de síntesis de este capítulo.
  - b) La otra, fue obtenida a partir de la ceniza de Puertollano. Debido a los altos rendimientos de extracción de sílice (135 g SiO<sub>2</sub>/L) obtenidos en los últimos estadios de la tesis, se prepararon 2 L de esta solución en el reactor autoclave Parr 4843 reproduciendo las condiciones de máxima extracción de sílice para esta ceniza (120 °C, NaOH 3M, 3L/kg y 9h, ver capítulo 3).
  
- Como fuentes de Al se emplearon dos muestras de aguas residuales con un elevado contenido en aluminio, procedentes de una empresa holandesa de anodizado de Al (ALUMET) suministradas por la Universidad de TU-Delft:
  - a) La primera solución, denominada Alumet-I, tenía unas concentraciones de 93 g Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/L y 12 g Na<sub>2</sub>O/L.
  - b) Más tarde, se probó otra solución procedente de la misma industria, con la referencia Alumet-II, con concentraciones en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Na<sub>2</sub>O de 117 g /L y 86 g/L, respectivamente.

#### □ Condiciones de síntesis

Las condiciones de síntesis empleadas comprenden dos o tres etapas, dependiendo de la metodología empleada: gelificación, envejecimiento y cristalización:

##### ▪ *Preparación del gel*

La Tabla 4.1 muestra las relaciones molares estudiadas y así como, las condiciones de tiempo y temperatura. Los rangos seleccionados tomaron inicialmente como base de partida las condiciones propuestas por Sáez (1999) y las empleadas por la

empresa productoras de zeolitas, I.Q.E. S.A (Industrias Químicas del Ebro, Zaragoza). Los rangos probados para cada parámetro de síntesis fueron ensanchándose progresivamente para optimizar al máximo el proceso. En todos estos casos la preparación del gel consiste en la combinación de las soluciones de partida mediante agitación en el interior de un baño maría a diferentes temperaturas.

▪ *Envejecimiento*

Debido a que por intereses económicos industriales conviene reducir o prescindir de esta etapa, solamente se aplicó en algunos experimentos.

En los experimentos que se les aplicó la etapa de envejecimiento, ésta se realizó a temperatura ambiente (25 °C) y a tiempos entre 1 y 23 horas (Tabla 4.1) sin ningún tipo de agitación.

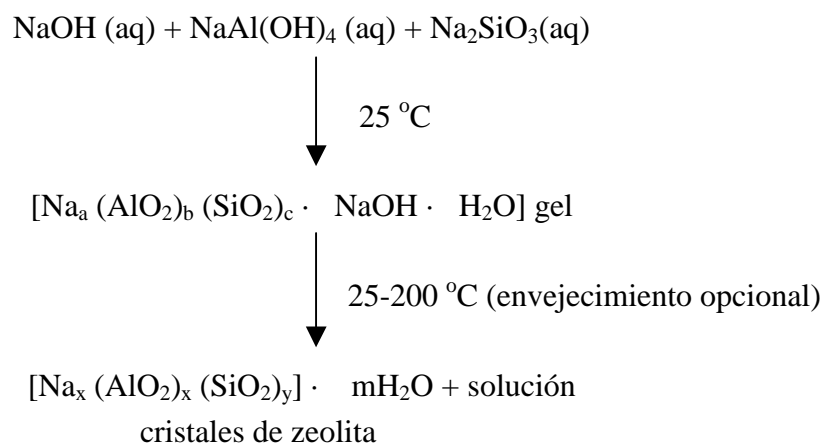
▪ *Cristalización del gel*

Las condiciones experimentales de cristalización se resumen en la Tabla 4.1. Teóricamente, la cristalización del gel precisa sistemas cerrados y temperaturas que varían entre 25 y 200 °C. La presión de reacción es la del vapor de agua a la temperatura designada. El tiempo de cristalización puede variar de pocas horas a días, en función de la temperatura (a mayor temperatura, menor tiempo). Finalmente, los tiempos empleados para la cristalización del gel oscilaron entre 1 y 72 h a temperaturas entre 70 y 90 °C.

*Tabla 4.1. Relaciones molares y condiciones experimentales estudiadas para la preparación del gel, envejecimiento y cristalización de zeolitas puras.*

	relación molar (mol / mol)			Gelificación	Envejecimiento	Cristalización
	Na <sub>2</sub> O/ SiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub> / Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O/ Na <sub>2</sub> O			
Estudiadas	1.3 – 2.0	1.0 - 2.2	25.0 - 51.0	40-80 °C, 2-1h	25 °C, 0-23 h	70 - 90 °C, 1-72
Sáez (1999)	1.3	2.1	38.9	80 °C, 2 h	25 °C, 22 h	80 °C, 24 h
I.Q.E. S.A.	2.0	1.9	25.0	80 °C, 2 h	-	70 °C, 2 h

Esquemáticamente el proceso de gelificación y cristalización en zeolita se puede resumir de la siguiente manera:



donde a, b, c, x, y son números arbitrarios.

#### 4.1.2. Evaluación de la calidad

La calidad de los productos zeolíticos se evaluó en primer lugar mediante análisis por DRX y seguidamente mediante la determinación de la capacidad de intercambio catiónico (CIC). En primer lugar, la identificación de la composición de los productos sintetizados se determinó mediante un difractor SIEMENS D5000 con radiación de  $\text{Cu K}\alpha$  de DRX del *Institut de Ciències de la Terra "Jaume Almera"* del CSIC. Seguidamente, los análisis semi-cuantitativos se realizaron por el método de referencia de intensidades, con fluorita como patrón interno (Alexander y Klug, 1948 y Chung, 1974).

Los valores de CIC se determinaron con soluciones de cloruro amónico, siguiendo la metodología propuesta por "International Soil Reference and Information Center" (ISRIC, 1995). Con esta metodología se analizaron las CIC de los productos sintetizados en este estudio y estos valores se comparaban con valores de CIC obtenidos con el mismo método para las zeolitas comerciales (A y X) suministradas por I.Q.E. S.A. Los análisis de amonio, para determinar la CIC, se realizaron por el método de colorimetría FIA en *els Serveis Científic-Tècnics* de la Universitat de Barcelona.

El estudio de la morfología se realizó mediante el microscopio electrónico SEM-Jeol, de la *Universitat d'Alacant* (durante una estancia en Febrero - Marzo 2001).

Además del estudio de DRX, CIC y microscopía de los productos zeolíticos obtenidos en esta tesis, también se analizaron con estas técnicas las zeolitas comerciales (A y X) suministradas por I.Q.E. S.A.

## 4.2. RESULTADOS

Los espectros de DRX y la morfología típicamente cúbica de las zeolitas comerciales A y X, con la referencia A-IQE y X-IQE, respectivamente, se muestran en la Figura 4.1. En el caso de la zeolita X, los cristales cúbicos se encuentran aglomerados entre sí formando estructuras de hasta 7  $\mu\text{m}$ , mientras que los cristales de zeolita A aparecen más aislados y con tamaños  $< 2 \mu\text{m}$ . Además en la Figura 4.1 se puede apreciar también como la mayor parte de estos cubos tienen las aristas romas, principalmente en el caso de la zeolita A.

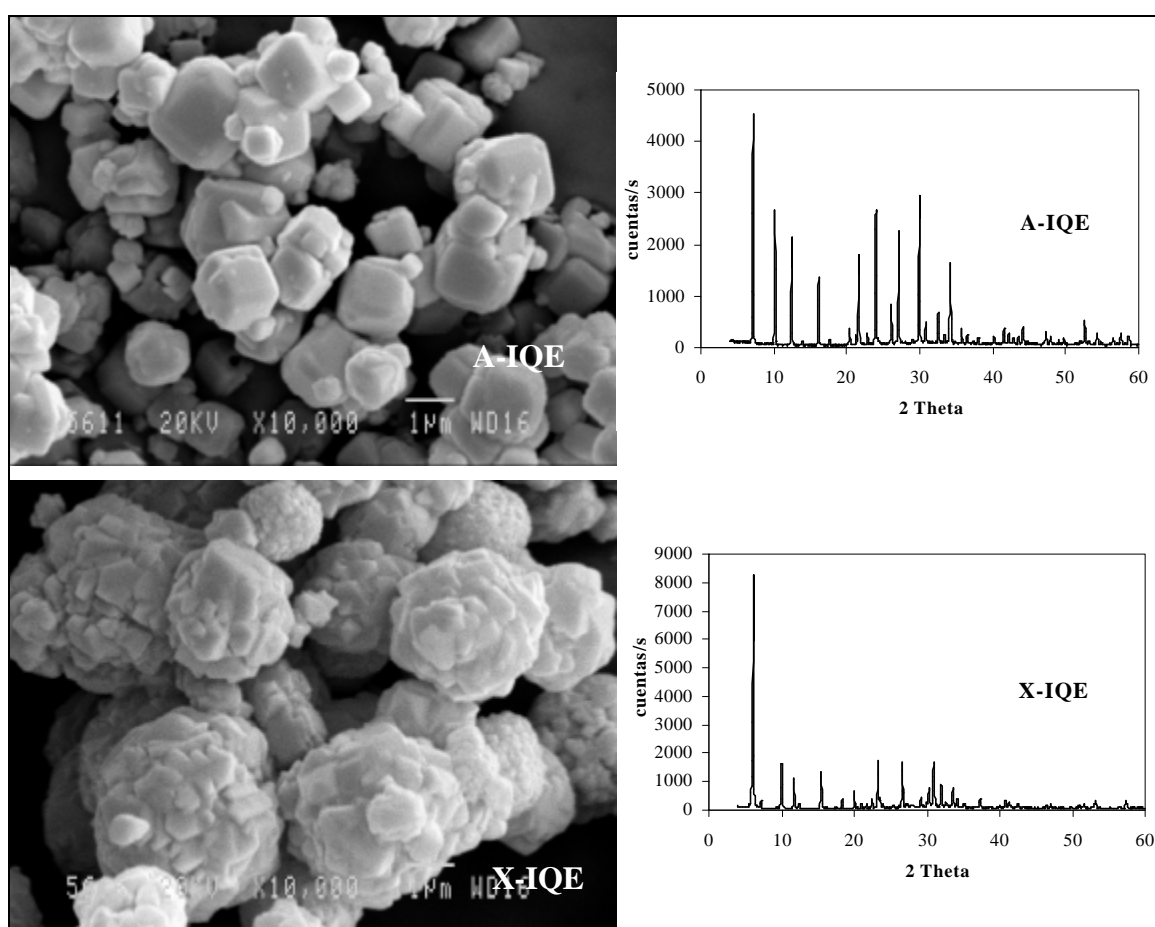


Figura 4.1. Microfotografías y espectros de DRX de las zeolitas comerciales A (arriba) y X (abajo).

### 4.2.1. Síntesis de materiales zeolíticos de elevada pureza

Los resultados obtenidos para las diferentes condiciones de síntesis probadas con la solución de Meirama y Alumet-I, se resumen en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2. Condiciones experimentales de síntesis y productos obtenidos a partir de las soluciones de Meirama y Alumet-I.

Exp	DRX fichero	relación molar (mol/mol)			Gelificación	Envejecimiento	Cristalización	Producto
		Na <sub>2</sub> O/ SiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub> / Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O/ Na <sub>2</sub> O				
1 A4-ME I	J15-2198	1.3	2.1	38.9	80 °C, 1 h	25 °C, 22 h	80 °C, 24 h	zeolita A
2	J43-0297	1.3	2.1	38.9	60 °C, 1 h	-	70 °C, 1 h	Fase Amorfa
3 A4-ME II	J43-0298	1.3	2.1	38.9	60 °C, 1 h	25 °C, 10 h	80 °C, 6 h	zeolita X+zeolita A
4	J43-0145	2.0	1.9	25.0	80 °C, 2 h	-	70 °C, 2 h	Hidroxi-Sodalita
5	J43-0234	1.9	2.0	25.0	70 °C, 1 h	25 °C, 22 h	70 °C, 24 h	zeolita A+Fase Amorfa
6	J43-0243	2.0	1.9	30.0	60 °C, 1 h	-	70 °C, 1 h	Fase Amorfa
7	J43-0244	2.0	1.9	30.0	80 °C, 2 h	-	70 °C, 2 h	Fase Amorfa
8	J43-0245	2.0	1.9	30.0	60 °C, 1 h	-	70 °C, 3 h	Fase Amorfa
9	J43-0246	2.0	1.9	30.0	60 °C, 1 h	-	70 °C, 4 h	Fase Amorfa
10	J43-0407	2.0	1.9	30.0	80 °C, 1 h	25 °C, 22	80 °C, 4	Hidroxi-Sodalita
11	J43-0424	1.9	1.2	34.0	80 °C, 1 h	25 °C, 22	80 °C, 6 h	Hidroxi-Sodalita
12	J43-0425	2.0	1.0	26.0	80 °C, 1 h	25 °C, 22	80 °C, 8 h	Hidroxi-Sodalita
13	J43-0497	1.9	2.0	25.0	80 °C, 1 h	25 °C, 18 h	90 °C, 18 h	zeolita A+Hidroxi-Sodalita
14	J43-0496	1.3	2.1	38.9	80 °C, 1 h	25 °C, 18 h	80 °C, 10 h	zeolita A
15	J43-0530	1.3	2.1	38.9	70 °C, 1 h	25 °C, 1 h	80 °C, 1 h	Fase Amorfa
16	J43-0531	1.3	2.1	38.9	70 °C, 1 h	25 °C, 2 h	80 °C, 2 h	Fase Amorfa
17	J43-0532	1.3	2.1	38.9	70 °C, 1 h	25 °C, 4 h	80 °C, 2 h	Fase Amorfa
18	J43-0533	1.3	2.1	38.9	70 °C, 1 h	25 °C, 4 h	80 °C, 16 h	Fase Amorfa
19	J43-0535	1.3	2.1	38.9	70 °C, 1 h	25 °C, 23 h	80 °C, 4 h	Fase Amorfa
20	J43-0536	1.3	2.1	38.9	70 °C, 1 h	25 °C, 23 h	80 °C, 6 h	zeolita A+Fase Amorfa
21	J43-0537	1.3	2.1	38.9	70 °C, 1 h	25 °C, 23 h	80 °C, 20 h	zeolita A
22	J43-0544	1.3	2.2	40.0	80 °C, 1 h	-	80 °C, 20 h	zeolita A+Hidroxi-Sodalita
23	J43-0545	1.3	2.2	40.0	80 °C, 1 h	25 °C, 22 h	80 °C, 6 h	Fase Amorfa
24	J43-0546	1.3	2.2	51.0	40 °C, 1 h	25 °C, 10 h	80 °C, 6 h	zeolita X+zeolita A
25	J43-0547	1.3	2.2	40.0	80 °C, 1 h	25 °C, 22 h	80 °C, 23 h	Hidroxi-Sodalita
26 A4-ME V	J43-0548	1.3	2.2	51.0	40 °C, 1 h	25 °C, 10 h	80 °C, 8 h	zeolita A+zeolita X
27	J43-0559	1.3	2.2	51.0	40 °C, 1 h	25 °C, 19 h	80 °C, 72 h	Hidroxi-Sodalita

En función de las condiciones de síntesis estudiadas con la solución de Meirama, se pueden resumir los productos zeolíticos obtenidos de la siguiente manera:

- ❑ Utilizando las condiciones propuestas por Sáez (1999) se obtuvo un material zeolítico (referenciado como A4-ME (I)), monomineral de zeolita A y pequeñas proporciones de fase vítrea (Figuras 4.2 y 4.3).
- ❑ La optimización de esta metodología, variando los tiempos de gelificación, envejecimiento y cristalización, permitió obtener una mezcla de alta pureza de zeolita A y X, (40 % de zeolita A y 60 % de zeolita X), referenciado como A4/X-ME (II) (Figura 4.3).

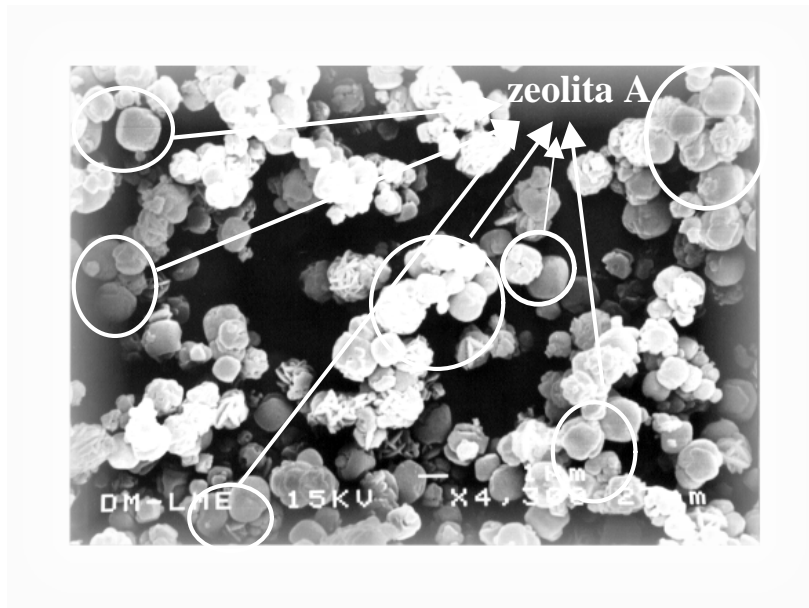


Figura 4.2. Microfotografía de microscopio electrónico de barrido mostrando la morfología del primer producto zeolítico sintetizado A4-ME (I) a partir de los extractos de sílice procedentes de la ceniza volante de Meirama y de las aguas residuales ricas en Al (Alumet-I).

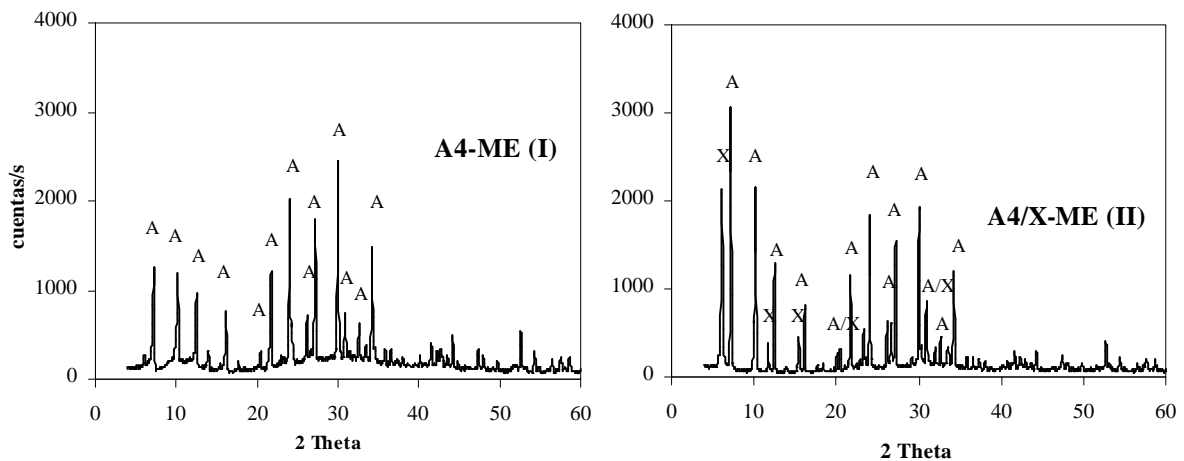


Figura 4.3. Espectros de DRX de los primeros productos sintetizados en la optimización de la estrategia de síntesis propuesta por Sáez (1999), a partir de los extractos de sílice procedentes de la ceniza volante de Meirama y de las aguas residuales ricas en Al (Alumet-I). A4-ME (I) (izquierda) corresponde a la fase monomineral de zeolita A y A4/X-ME (II) (derecha) a la mezcla de zeolita A y X.

- Todos los experimentos que se realizaron siguiendo la estrategia de síntesis a partir de productos puros de IQE resultaron en la producción de hidroxisodalita (Figura 4.4).



Aunque mediante esta técnica se obtenían materiales muy puros, cabe resaltar que este tipo de fases cristalinas presentan un bajo potencial de aplicación debido a su baja CIC (un orden magnitud inferior a la de la zeolita A ó X) y pequeño tamaño de canal (2.3 Å). Así pues, en los experimentos de optimización de las recetas comerciales utilizadas por los productores de zeolitas no condujeron a buenos resultados. Probablemente, la causa de no poder obtener otras zeolitas diferentes a hidroxisodalita, sea debido a una concentración de  $\text{Na}_2\text{O}$  mucho mayor ( $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 > 1.3$ ) en los lixiviados de las cenizas volantes, que en el silicato sódico puro que utilizan los procesos industriales, o simplemente porque estas condiciones solamente son válidas para productos puros altamente solubles.

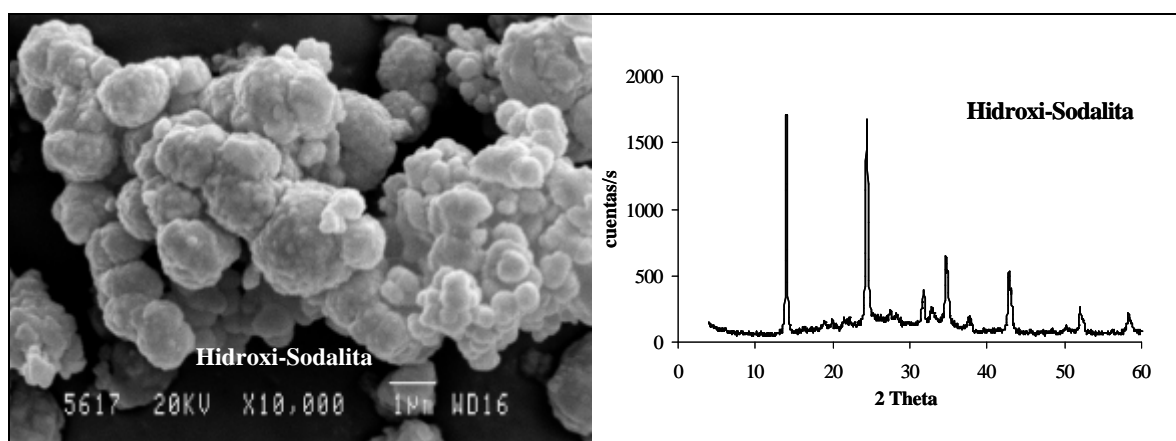


Figura 4.4. Microfotografía de microscopio electrónico de barrido y espectro de DRX de hidroxisodalita obtenida a partir de las condiciones de IQE, y del uso de la solución Alumet-II.

- En los experimentos realizados con la segunda solución de Al (referenciada como Alumet-II), y la solución de sílice procedente de Meirama, únicamente se podía sintetizar hidroxisodalita (Figura 4.4). Aunque la nueva solución tenía una concentración ligeramente superior de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  con respecto a la solución Alumet-I (93 g  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{L}$  en Alumet-I y 117 g  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{L}$  en Alumet-II), el alto contenido en  $\text{Na}_2\text{O}$  (86 g/L respecto a los 12 g/L de Alumet-I) proporciona a esta nueva solución una relación de Al/Na menor que la solución inicial. De manera que, la relación molar entre  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Na}_2\text{O}$  de Alumet-II era 1.36, muy inferior a la de Alumet-I (5.74). Ello no permitió sintetizar zeolita A ó X a partir de esta solución.
- En una cuarta fase, con el fin de optimizar la síntesis de zeolitas puras con un elevado interés comercial (zeolita A y X) se empleó nuevamente la solución Alumet-I. En este caso, se obtuvo una mezcla de zeolita A y X muy pura. Las condiciones empleadas para sintetizar este producto fueron:  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 1.3$ ,  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2.2$ ,  $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O} =$

51.0, gelificación a 40 °C durante 1 h con agitación, envejecimiento a 25 °C durante 10 h y finalmente la cristalización a 80 °C en un reactor de PFA durante 8 h. La Figura 4.5 muestra el espectro de DRX y la morfología de este nuevo producto, referenciado como A4/X-ME (V), que presenta una proporción 50:50 de zeolita A y X, como se deduce de los análisis de DRX. Al igual que en las zeolitas de referencia (A-IQE y X-IQE, Figura 4.1), el material A4/X-ME (V) muestra los cristales cúbicos de aproximadamente 2 µm para la zeolita A con las aristas romas, mientras que la zeolita X se encuentra formando aglomerados (Figura 4.5).

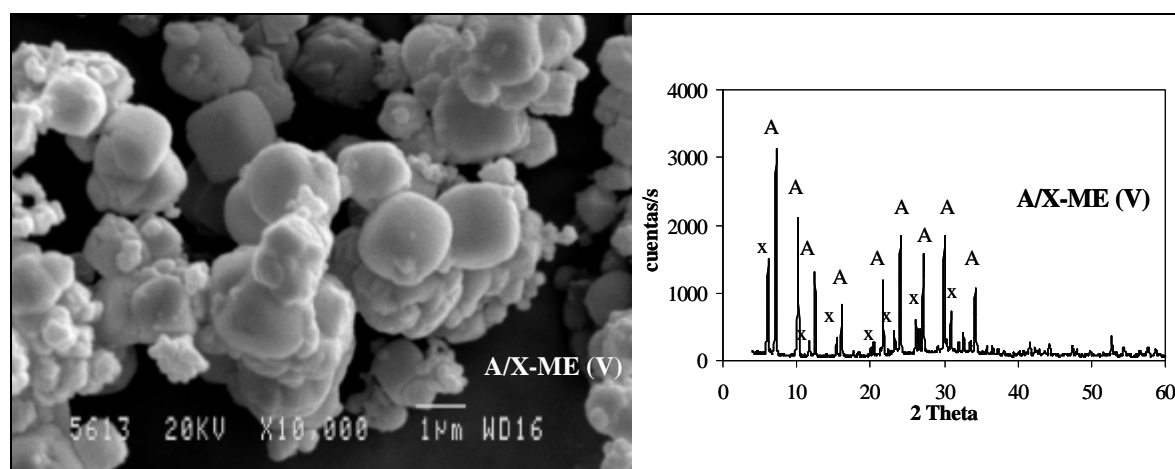


Figura 4.5. Microfotografía de microscopio electrónico de barrido y espectro de DRX del material zeolítico A/X-ME(V).

Por último, se vio la posibilidad de experimentar con la solución obtenida a partir de la ceniza de Puertollano y la solución de Alumet-II, ya que las concentraciones de SiO<sub>2</sub> y Na<sub>2</sub>O (135 g SiO<sub>2</sub>/L y 81 g Na<sub>2</sub>O/L) de la solución de Puertollano permitirían obtener buenas relaciones molares con la solución de Alumet-II para la formación del gel. Con estas dos soluciones se sintetizaron los mejores productos de este estudio, que fueron los siguientes:

- Una zeolita X con una pureza del 100 %, referenciada como X-PU4II (Figura 4.6). Las condiciones empleadas para sintetizar este producto fueron: Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 1.2, SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 1.9, H<sub>2</sub>O/Na<sub>2</sub>O = 41.0, gelificación a 60 °C durante 15 min con agitación, sin envejecimiento y una cristalización a 90 °C en un reactor de PFA durante 7 h.
- Una zeolita A pura (98 %), referenciada como A-PU4III (Figura 4.7). Las condiciones empleadas para sintetizar este producto fueron: Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 1.3, SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 1.7, H<sub>2</sub>O/Na<sub>2</sub>O = 41.0, gelificación a 60 °C durante 15 min con agitación, sin envejecimiento y una cristalización a 90 °C en un reactor de PFA durante 8 h.

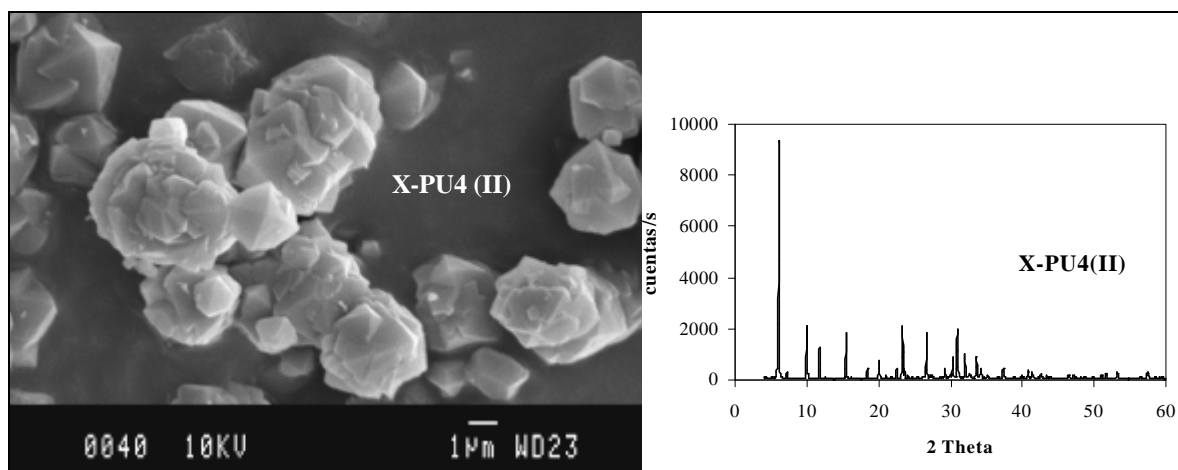


Figura 4.6. Microfotografía de microscopio electrónico de barrido y espectro de DRX del material zeolítico X-PU4(II).

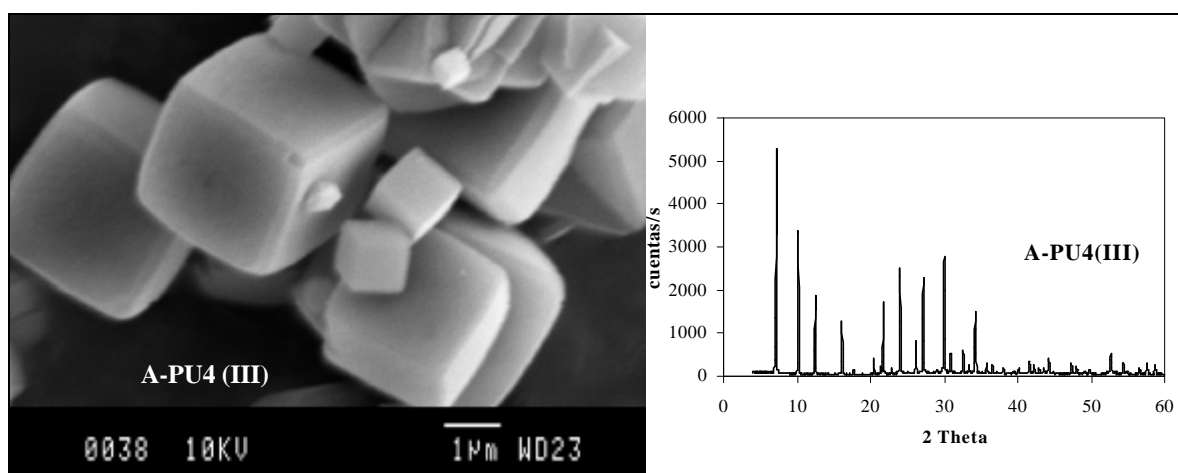


Figura 4.7. Microfotografía de microscopio electrónico de barrido y espectro de DRX del material zeolítico A-PU4(III).

De manera que, se optimizó considerablemente el tiempo de síntesis propuesto por Sáez (1999) (de 48 a 7 y 8 h para sintetizar zeolita X y A, respectivamente), aunque estos tiempos siguen siendo superiores a los utilizados por IQE S.A. para la síntesis a partir de productos puros (4h).

#### 4.2.2. Evaluación de la calidad

La Tabla 4.3 resume los resultados sobre la evaluación de la calidad determinada mediante la determinación de la CIC. La pureza de los productos zeolíticos (zeolitas A y X)

sintetizados a partir de los extractos de sílice se evaluó mediante la comparación de los valores de CIC de éstas, con los de las zeolitas de referencia comerciales (A y X, suministradas por I.Q.E. S.A.). Los resultados de la CIC evidenciaron que los valores de CIC alcanzaban 5.4 y 4.3 meq/g para las zeolitas comerciales A y X, respectivamente.

*Tabla 4.3. Resultados de CIC (capacidad de intercambio catiónico) y contenido en zeolita determinado para las zeolitas comerciales y las sintetizadas a partir de los extractos de sílice de la ceniza volante de Meirama y las aguas residuales de la planta de anodizado de Aluminio.*

Material Zeolítico	CIC (meq/g)	Contenido en Zeolita (%)
A-IQE	5.4	100
X-IQE	4.3	100
A-ME (I)	4.1	76
A/X-ME (II)	4.3	91
A/X-ME (V)	4.7	97
X-PU4 (II)	4.3	100
A-PU4 (II)	5.3	98

Los resultados obtenidos sobre la calidad de los productos zeolíticos determinada mediante el estudio de la CIC se puede resumir de la siguiente manera:

- ❑ La CIC obtenida en el producto denominado A4-ME (I) (Figura 4.2) fue 4.1 meq/g por tanto, el contenido en zeolita A era próximo al 75 %.
- ❑ La optimización de las condiciones experimentales utilizando la primera estrategia permitió sintetizar el producto A4/X-ME (II), que era una mezcla de zeolita A y X (40:60) (Figura 4.2). Este producto presentaba una CIC más alta (4.3 meq/g) que evidenciaba una pureza del 91 %.
- ❑ La CIC obtenida para el producto denominado A/X-ME (V) fue 4.7 meq/g. Considerando que este producto tiene una proporción del 50 % de zeolita A y 50 % de zeolita X, como se deduce de los análisis de DRX, el valor de CIC sugiere que A/X-ME (V) tiene una pureza del 97 %.
- ❑ Utilizando los lixiviados de Puertollano y la solución Alumet-II se sintetizaron dos productos de elevada pureza, X-PU4 (II) y A-PU4 (III) (Figuras 4.6 y 4.7):
  - El producto X-PU4 (II) mostró una CIC de 4.3 meq/g, de manera que se obtuvo una pureza del 100 % en zeolita X.
  - El material A-PU4 (III) presentó la CIC más alta (5.3 meq/g) que evidenciaba una pureza del 98 % en zeolita A.

De manera que en este estudio se han sintetizado unos materiales zeolíticos de elevada pureza con CIC equivalentes a las zeolitas comerciales.

Además, tal y como se mostrará en el capítulo 6, los resultados de los ensayos de lixiviación realizados siguiendo la norma DIN 38414-S4 y las diferentes aplicaciones realizadas con el producto A/X-ME (V) en matrices reales, muestran la ausencia de impurezas solubles.

### 4.3. CONCLUSIONES

En esta sección se ha demostrado como a partir de los extractos de sílice obtenidos a partir de las cenizas volantes de Meirama y Puertollano (capítulo 3) y de las aguas residuales de una planta de anodizado de aluminio (Alumet) se pueden sintetizar productos zeolíticos de elevada pureza con alta CIC.

A continuación se esquematiza el método de síntesis optimizado para la síntesis de zeolita A y X.

	<b>Zeolita A</b>	<b>Zeolita X</b>
<b>Relación molar (mol/mol)</b>	Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub> = 1.3 SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> = 1.7 H <sub>2</sub> O/Na <sub>2</sub> O = 41.0	Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub> = 1.2 SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> = 1.9 H <sub>2</sub> O/Na <sub>2</sub> O = 41.0
<b>Gelificación</b>	60 °C, 15 min	60 °C, 15 min
<b>Envejecimiento</b>	NO	NO
<b>Cristalización</b>	8 h	7 h
<b>CIC (meq/g)</b>	5.3	4.3
<b>Pureza</b>	98 %	100 %

Siguiendo esta metodología, se ha logrado reducir considerablemente el tiempo de síntesis propuesto por Sáez (1999) (de 47 h a 8 y 7 h, para la zeolita A y X, respectivamente), aunque sigue siendo superior a los tiempos empleados por IQE S.A utilizando productos puros (4 h).

Bajo estas condiciones se sintetizaron los dos mejores productos de esta tesis. El primero, fue una zeolita A con una pureza del 98 % y una CIC de 5.3 meq/g, mientras que la zeolita X con una CIC de 4.3 meq/g mostró una pureza del 100 %. Ambos materiales son equivalentes a los productos comerciales. Además se han sintetizado mezclas de zeolita A y X que muestran CIC de hasta 4.7 meq/g.

Si a estas eficiencias se le aplican los mejores rendimientos obtenidos en la extracción de sílice (405 g SiO<sub>2</sub>/kg ceniza volante, capítulo 3), resulta una síntesis de aproximadamente 1100 g de zeolita X y 1200 g de zeolita A por kg de ceniza volante. Por tanto, se ha superado ampliamente el objetivo inicial de este trabajo que se fijó en sintetizar un mínimo 400 g de zeolita pura por kg de ceniza volante, a partir de extractos de sílice procedentes de cenizas volantes.

A modo de resumen, la Figura 4.8 muestra el esquema del proceso propuesto para la síntesis de la zeolita A con elevada CIC (5.3 meq/g) a partir de la ceniza de Puertollano, la cuál, mostró la máxima extracción de sílice en el capítulo anterior. En el mismo esquema se muestra la optimización del proceso, con la obtención adicional de un residuo zeolítico de extracción de sílice con menor pureza.

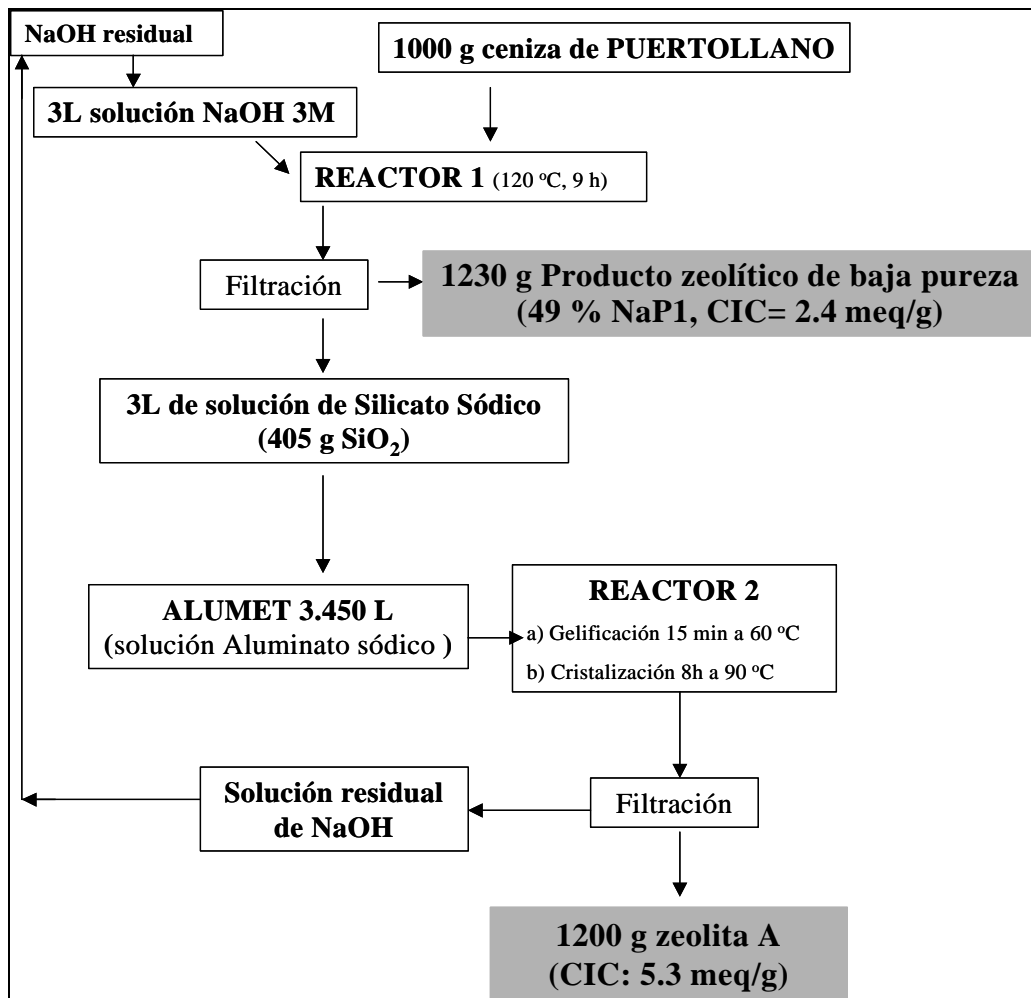


Figura 4.8. Esquema de la síntesis de una zeolita con elevada CIC (4.7 meq/g) a partir de la ceniza de Puertollano.

