

Análisis de la reconstrucción de óxidos metálicos (Mg-Al) debidos a procesos de captura de CO₂

Sebastian Felipe Sarmiento Madera y Jeison Iván Pinzón Pinzón

Trabajo de Grado para optar por el título de Ingenieros Químicos
Trabajo de investigación

Director

Prof. Víctor Gabriel Baldovino Medrano

Ph.D., Ingeniero Químico

Codirectores:

Rodrigo Valderrama Zapata

Julieth Tatiana García Sánchez

Ingenieros Químicos

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas

Escuela de Ingeniería Química

Ingeniería Química

Bucaramanga

2025

Dedicatoria

Este logro va dedicado a mi familia, Mi Padre Pedro Ciro, Mi Madre Gladys María, a mis Hermanos Sergio, Yesica, Julián, Zharith y Karen por acompañarme y guiarme en este camino.

A mis amigos, Sebastián R, Sebastian S, Juan Esteban V, Emmanuel D, Junior R y Luisa R quienes me brindaron momentos de alegría en medio de las dificultades que se presentaban y me alentaron a seguir mejorando.

Al grupo CICAT por darme la oportunidad de seguir creciendo profesionalmente con el desarrollo de este trabajo y permitirme conocer a gente maravillosa, en especial a Julieth y Rodrigo quienes

fueron más que nuestros codirectores, gracias por tanto y perdón por tan poco.

Gracias.

Jeison Iván Pinzón Pinzón

Dedicatoria

A mis dos madres, Mirna y Giselle, solo por ellas estoy aquí.

A mis dos padres Fernando y Rodrigo, siempre fueron un norte.

Al CICAT por acogernos, apoyar y dirigir nuestras ideas y esfuerzos

en especial a Julieth y Rodrigo.

A los compañeros, amigos y conocidos que me dejó la universidad, y que alguna vez me

brindaron una mano ayuda.

Y a todo aquel al que le caiga el guante.

Gracias

Sebastian Felipe Sarmiento Madera.

Agradecimientos

Al laboratorio de rayos X-UIS, por los servicios prestados de análisis DRX.

A nuestros codirectores Rodrigo Valderrama Zapata y Julieth García Sánchez, por su apoyo incondicional. Su disposición para ayudar, orientar y motivar fue fundamental para la culminación de este trabajo de investigación.

Al profesor Víctor Baldovino, por su orientación y confianza. Su guía y consejos nos ayudaron a fortalecer nuestras habilidades como investigadores.

Al Centro de Investigaciones en Catálisis CICAT, por proporcionarnos los recursos necesarios para realizar nuestras pruebas.

A nuestros compañeros del Parque Tecnológico Guatiguará, por darnos su amistad y apoyo los cuales tuvieron impacto sobre nuestro desarrollo profesional.

A nuestras familias y a mis amigos, por alentarnos cada día a superar los retos y dificultades.

Tabla de contenido

Introducción	14
1. Objetivos.....	17
2. Estado del arte.....	18
3. Metodología	23
3.1 Análisis de la estabilidad térmica del material	23
3.1.1 <i>Definición de las condiciones para el tratamiento térmico.....</i>	23
3.1.2 <i>Puesta a punto del sistema de calcinación</i>	24
3.1.3 <i>Calcinación del material a distintas temperaturas.....</i>	24
3.1.4 <i>Evolución térmica del material y relación con su afinidad al agua.</i>	25
3.2 Estudio de la evolución del material durante ciclos de captura de CO ₂	28
3.2.1 <i>Ciclos de captura de CO₂ anhidridos</i>	28
3.2.2 <i>Ciclos de captura de CO₂ en presencia de agua</i>	29
3.2.3 <i>Capacidad de adsorción del material</i>	30
3.2.4 Comportamiento estructural durante los ciclos de captura de CO ₂	31
4 Resultados y discusión.....	31
4.1 Estabilidad térmica del material.....	31
4.1.2 Evolución térmica del material y relación con su afinidad al agua	33
4.2 Estudio de la evolución del material durante ciclos de captura de CO ₂	41
4.2.1 Ciclos de captura de CO ₂ anhidridos	41
4.2.2 Ciclos de captura de CO ₂ en presencia de agua.....	42
4.2.3 Capacidad de adsorción del material	44
4.2.4 <i>Comportamiento estructural durante los ciclos de captura de CO₂.....</i>	46

5	Conclusiones	49
6	Recomendaciones	50
	Referencias.....	51
	Apéndices.....	55

Lista de Figuras

- Figura 1. Representación de la estructura cristalina de una hidrotalcita de Mg–Al (a) y (b) representación de la estructura de los óxidos mixtos Mg–Al amorfos obtenidos tras su calcinación estática a 500 °C durante 5 h. 15
- Figura 2. Fotografías de las pruebas de ángulo contacto para (a) una muestra de la hidrotalcita y (b) un óxido mixto resultante de la calcinación estática de la hidrotalcita a 450 °C con una rampa de temperatura de 5 °C/min por 2 h en un flujo de nitrógeno de 125 mL/min. 22
- Figura 3. Etapas metodológicas planteadas para el desarrollo del proyecto. 23
- Figura 4. Placa portaobjetos con ~290 µL de dispersión hidrotalcita-etanol concentrada al 0.1 g hidrotalcita/mL etanol. 27
- Figura 5. (a) Perfil de descomposición térmica obtenido mediante calcinación a temperatura programada, comparado con (b) el perfil de pérdida de masa y su derivada correspondiente obtenido en el análisis termogravimétrico. 32
- Figura 6. Espectros infrarrojos (ATR) de la hidrotalcita Mg–Al sometida a calcinación dinámica bajo flujo de N₂ (120 mL/min) durante 2 h, a diferentes temperaturas entre 25 y 445 °C. 34
- Figura 7. Patrones de difracción de las muestras: (a) hidrotalcita fresca, (b) hidrotalcita calcinada a 220 °C y, (c) hidrotalcita calcinada a 310 °C. Las muestras fueron calcinadas por 2 h bajo un flujo de 120 mL/min de nitrógeno con una rampa de calentamiento de 5 °C/min. 36
- Figura 8. Patrones de difracción de rayos X de la hidrotalcita calcinada bajo atmósfera estática de N₂ (120 mL/min) durante 2 h, con una rampa de calentamiento de 5 °C/min, a diferentes temperaturas: a) 310 °C, b) 430 °C y c) 445 °C. 38
- Figura 9. Comportamiento del ángulo de contacto en muestras tratadas térmicamente a diferentes temperaturas con su respectivo error estándar para cada medición. 39

- Figura 10. Comportamiento del ángulo de contacto de la muestra (a) hidrotalcita calcinada a 370 °C y (b) hidrotalcita calcinada 450, ambas muestras calcinadas en un periodo de 2 h con un flujo de 120 mL/min de N₂. 40
- Figura 11. Grafica de resultados de la prueba HT 1 realizada en el espectrómetro de masas QGA comparando las señales de H₂O y CO₂ junto con la curva de temperatura. 41
- Figura 12. Comparación entre las curvas de (a) desorción de CO₂ correspondientes a los ciclos 1 y 15, y (b) las curvas de desorción de H₂O en esos mismos ciclos. 43
- Figura 13. Grafica de capacidad de adsorción en mg CO₂/g hidrotalcita y su porcentaje de pérdida de capacidad de adsorción de CO₂ desde primer hasta el quinceavo ciclo..... 44
- Figura 14. Espectros infrarrojos (ATR) de muestras reconstruidas por exposición a la atmósfera, comparados con la muestra sometida a 15 ciclos de adsorción de CO₂ en presencia de agua comparadas con el espectro original de la hidrotalcita Mg-Al..... 46
- Figura 15. Patrones de difracción de rayos x realizados a las muestras sometidas a 1, 10 y 15 ciclos de adsorción de CO₂. 47

Lista de Tablas

Tabla 1.	Resumen de estudios previos sobre la estabilidad cíclica, reconstrucción estructural e hidrofobicidad en hidrotalcitas Mg-Al utilizadas para captura de CO ₂	19
Tabla 2.	Temperaturas seleccionadas para calcinar muestras de hidrotalcita fresca en hornos tubulares.	25
Tabla 3.	Parámetros usados en las pruebas realizadas en el CATLAB a presión atmosférica: masa de muestra, caudal de gas, temperatura y duración del experimento.	29
Tabla 4.	Tabla comparativa entre algunos comportamientos en la capacidad de adsorción observados en la literatura y este estudio.	45

Lista de Apéndices

Apéndice A. Adecuación del sistema de calcinación.....	55
Apéndice B. Patrón de difracción de la muestra.....	60
Apéndice C. Análisis ANOVA.....	61
Apéndice D. Acondicionamiento del saturador.	64
Apéndice E. Análisis del error de muestras.....	64
Apéndice F. Gráfica de muestra expuesta al ambiente.....	65

Glosario

CICAT: Centro de Investigaciones en Catálisis de la Universidad Industrial de Santander.

CATLAB: es un micro reactor de sobremesa y un sistema combinado de espectrómetro de masas para la caracterización rápida y reproductiva de catalizadores y el estudio de reacciones.

DRX: referente al análisis por Difracción de Rayos X el cual es una técnica analítica que utiliza rayos X para identificar y cuantificar fases cristalinas en una muestra.

Gota sésil: es una técnica para medir el ángulo de contacto, que es el ángulo que forma una gota de líquido sobre una superficie sólida.

Resumen

Título: Análisis de la reconstrucción de óxidos metálicos (Mg-Al) debidos a procesos de captura de CO₂*

Autores: Sebastián Felipe Sarmiento Madera, Jeison Iván Pinzón Pinzón **

Palabras clave: Adsorción, Regeneración, Hidrofobicidad, Cristalinidad, CO₂, Hidrotalcita.

Descripción: Los materiales derivados de hidrotalcitas (HTs) Mg–Al han despertado gran interés en procesos de captura de CO₂ gracias a su bajo costo y elevada estabilidad térmica (200–400 °C), lo que permite prolongar su ciclo de vida hasta cerca de 1000 ciclos de captura. Sin embargo, aún presentan propiedades poco exploradas, como su afinidad con el agua. En este trabajo se empleó hidrotalcita Mg₆Al₂(OH)₁₆CO₃·4H₂O de la marca Aldrich, cuya evolución se estudió mediante difracción de rayos X (DRX), análisis termogravimétrico (ATG) y mediciones de ángulo de contacto por el método de gota sésil. Se evaluó su comportamiento desde el estado original, después de la calcinación y tras 15 ciclos de adsorción–desorción de CO₂. Las pruebas de adsorción se realizaron en un reactor de flujo continuo acoplado a un espectrómetro de masas.

Los resultados muestran que el material pierde su cristalinidad al alcanzar temperaturas de calcinación de 310 °C, proceso acompañado por la eliminación de agua estructural y la pérdida parcial de grupos –OH, lo que sugiere que estos componentes desempeñan un papel importante en el orden cristalino. No obstante, el carácter hidrofóbico del material se mantiene estable siempre que la calcinación ocurra a temperaturas inferiores a 370 °C, lo que indica que la cristalinidad no determina directamente dicha propiedad. Durante los ciclos de adsorción de CO₂ se evidenció que la presencia de agua es indispensable para la fijación del gas en la estructura. Además, se corroboró que la hidrofobicidad de la hidrotalcita no depende únicamente de la presencia de CO₂, sino de la forma en que este se encuentra enlazado. En consecuencia, aunque el material logró adsorber CO₂, no recuperó su cristalinidad original.

*Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería química. Director: Víctor Gabriel Baldovino Medrano. Doctor en Ingeniería química. Codirectores: Julieth Tatiana García Sánchez, Rodrigo Valderrama Zapata. Ingenieros químicos.

Abstract

Title: Analysis of the reconstruction of metallic oxid (Mg-Al) due to CO₂ capture processes *

Author(s): Sebastián Felipe Sarmiento Madera, Jeison Iván Pinzón Pinzón **

Key Words: Adsorption, Regeneration, Hydrophobicity, Crystallinity, CO₂, Hydrotalcite.

Description: Materials derived from Mg–Al hydrotalcites (HTs) have attracted considerable interest in CO₂ capture processes due to their low cost and high thermal stability (200–400 °C), which allows their life cycle to be extended to around 1000 capture cycles. However, some of their properties remain poorly understood, such as their affinity for water.

In this work, Aldrich Mg₆Al₂(OH)₁₆CO₃·4H₂O hydrotalcite was used, and its evolution was studied by X-ray diffraction (XRD), thermogravimetric analysis (TGA), and contact angle measurements using the sessile drop method. Its behavior was evaluated from its original state, after calcination, and after 15 cycles of CO₂ adsorption–desorption. The adsorption tests were performed in a continuous flow reactor coupled to a mass spectrometer.

The results show that the material loses its crystallinity when calcination temperatures reach 310 °C, a process accompanied by the elimination of structural water and the partial loss of –OH groups, suggesting that these components play an important role in the crystalline order. However, the hydrophobic nature of the material remains stable as long as calcination occurs at temperatures below 370 °C, indicating that crystallinity does not directly determine this property. During CO₂ adsorption cycles, it was evident that the presence of water is essential for the gas to be fixed in the structure. Furthermore, it was confirmed that the hydrophobicity of hydrotalcite does not depend solely on the presence of CO₂, but also on the way in which it is bound. Consequently, although the material managed to adsorb CO₂, it did not recover its original crystallinity.

* Degree Work

** Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Advisor: Víctor Gabriel Baldovino Medrano, Ph.D., Chemical Engineer, Co-advisor: Rodrigo Valderrama Zapata, Julieth Tatiana García Sánchez.
Chemical Engineer.

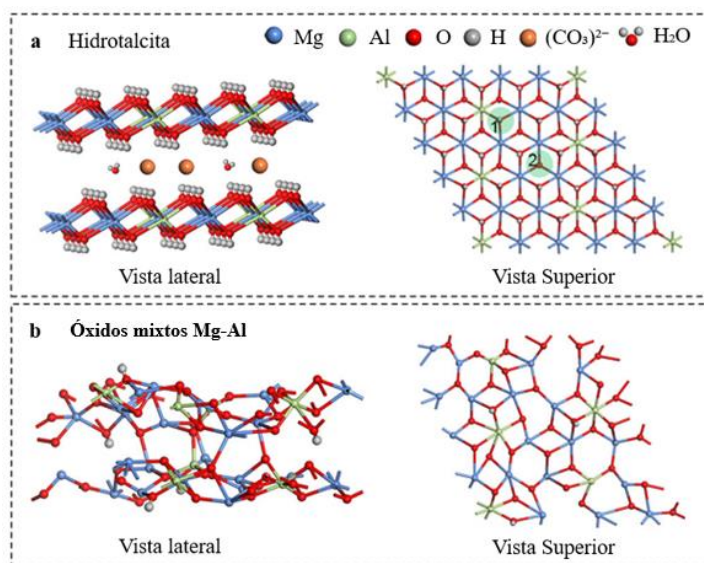
Introducción

El dióxido de carbono (CO₂) es el principal gas antropogénico de efecto invernadero, representando el 76% del total de los gases causantes del calentamiento global (EPA, 2025; ONU, 2025). Según la Administración Nacional de Aeronáutica y el Espacio, la concentración de CO₂ en 1940 era de 280 ppm, mientras que hoy en día se estima que corresponde a 430 ppm (NASA, 2025). En consecuencia, la temperatura media global registrada entre 1850 y 1900 se situaba entre 13 y 14 °C. Actualmente, esa media ha aumentado en aproximadamente 1 °C, alcanzando valores cercanos a 14–15 °C (OMM, 2025). Aunque este incremento pueda parecer pequeño, resulta alarmante si se tiene en cuenta que, según la Academia Nacional de Ciencias, Ingeniería y Medicina (*Climate Change: Evidence and Causes*, 2020), durante las glaciaciones la temperatura global era apenas 4 a 5 °C menor que la actual. Esto evidencia que incluso variaciones relativamente pequeñas en la temperatura promedio del planeta tienen un impacto enorme en el clima y en los ecosistemas, lo que resalta la necesidad urgente de reducir las emisiones industriales de CO₂.

En este sentido, sólidos adsorbentes como el carbón activado, sílice, óxido de calcio y materiales a base de hidrotalcita, han sido propuestos para la captura de CO₂ (U.S. Environmental Protection Agency; US EPA, 2015). Dentro de este grupo de materiales, los derivados de hidrotalcitas de tipo Mg-Al, se han identificado como adsorbentes prometedores para procesos de captura de CO₂ a temperaturas relativamente elevadas, específicamente en el rango de 200 a 400 °C, típico de los gases de chimenea (Hutson y Attwood, 2008). Estas hidrotalcitas presentan una estructura cristalina caracterizada por láminas metálicas cargadas positivamente, unidas a moléculas de agua y separadas entre sí por iones carbonato CO₃²⁻ (Suescum Morales *et al.*, 2022), como se ilustra en la **Figura 1**.

Figura 1.

Representación de la estructura cristalina de una hidrotalcita de Mg–Al (a) y (b) representación de la estructura de los óxidos mixtos Mg–Al amorfos obtenidos tras su calcinación estática a 500 °C durante 5 h.



Nota. Adaptado de (Suescum Morales et al., 2022)

Cuando la hidrotalcita se somete a temperaturas superiores a 400 °C, desorbe iones carbonato y grupos hidroxilo en forma de CO₂ y H₂O (Kim *et al.*, 2023; Suescum Morales *et al.*, 2022), lo que provoca la pérdida de su estructura cristalina. En este estado, el material deja de denominarse hidrotalcita y pasa a considerarse como un óxido mixto como se observa en la **Figura 1b**. La estructura cristalina de la hidrotalcita puede ser recuperada en presencia de CO₂ y H₂O, debido a que el CO₂ capturado es adsorbido nuevamente como iones CO₃²⁻ ordenando así el óxido mixto, a esto se le conoce como “efecto memoria” (Suescum Morales *et al.*, 2022). En este sentido, las hidrotalcitas de Mg–Al presentan una ventaja al tener una importante capacidad de restablecerse frente a varios ciclos de adsorción-desorción de CO₂ (van Selow *et al.*, 2011).

Dado el potencial de la hidrotalcita como material capaz de adsorber CO₂ de forma cíclica y la necesidad de incorporar grupos -OH en el proceso de adsorción, resulta relevante estudiar la interacción de estos sólidos con el agua, propiedad que han sido poco explorada hasta donde tenemos conocimiento. De este modo, en pruebas realizadas en el CICAT, se observó que la hidrotalcita presenta un comportamiento hidrofóbico. Sin embargo, tras su tratamiento térmico a 500 °C, con una rampa de calentamiento de 2 °C/min a presión atmosférica durante 2 h, los óxidos mixtos resultantes se vuelven hidrofílicos (Pinzón *et al.*, 2023).

El cambio descrito sugiere que la transición de un sólido hidrofóbico a uno hidrofílico está asociada con la liberación de iones CO₃²⁻. Sin embargo, en la literatura revisada no se encontraron estudios que relacionen el comportamiento hidrofóbico de la hidrotalcita con los cambios estructurales del adsorbente, ni con la reconstrucción de los óxidos metálicos mixtos ocasionados por múltiples ciclos de adsorción–desorción de CO₂. Esta ausencia de información resalta la necesidad de caracterizar sistemáticamente la hidrotalcita Mg–Al, a fin de comprender cómo los cambios estructurales durante los ciclos afectan sus propiedades hidrofóbicas o hidrofílicas y, en consecuencia, su potencial para la mitigación de emisiones de CO₂.

Para abordar este vacío, el presente proyecto estudió el comportamiento regenerativo de una hidrotalcita Mg–Al sometida a múltiples ciclos de captura de CO₂ en condiciones anhidras y en presencia de agua. Se evaluó su capacidad de adsorción y los cambios en su estructura cristalina mediante espectroscopía infrarroja por reflectancia total atenuada (ATR) y difracción de rayos X (DRX), complementadas con análisis in situ de desorción bajo condiciones controladas. Para ello, se empleó espectrometría de masas, lo que permitió estimar tanto la cantidad como la temperatura de liberación de CO₂ y H₂O. Este enfoque integral permitió vincular la evolución estructural del material con su afinidad al agua y aportar información clave para su potencial aplicación industrial.

1. Objetivos

1.1. General

Analizar el comportamiento regenerativo de una hidrotalcita Mg-Al en procesos de captura de CO₂.

1.2. Específicos

- Determinar la estabilidad de la capacidad de adsorción de CO₂ de una hidrotalcita Mg-Al en procesos de adsorción-desorción de CO₂.
- Evidenciar el efecto memoria de una hidrotalcita Mg-Al en procesos de adsorción-desorción de CO₂.
- Correlacionar la capacidad de adsorción de CO₂ y la reestructuración de la hidrotalcita durante los ciclos de adsorción-desorción con su carácter hidrofóbico.

2. Estado del arte

La captura de CO₂ proveniente de gases de combustión industrial mediante sólidos adsorbentes ha sido objeto de investigación durante más de una década (UNFCCC, 2021). La selección de un material para aplicaciones a escala industrial depende principalmente de su capacidad de adsorción, la cinética de adsorción-desorción y la estabilidad cíclica (Feng *et al.*, 2022). Esta última propiedad ha sido definida por Cheah *et al.* (2022) como el porcentaje de variación en la capacidad de adsorción entre cada ciclo de captura de CO₂.

Entre los sólidos propuestos, las hidrotalcitas destacan por la capacidad cíclica de perder y reconstruir su estructura laminar, a través de la desorción y adsorción de CO₂ respectivamente (Wang *et al.*, 2014) (**Figura 1**). Al someterse a tratamientos térmicos, la energía suministrada supera la energía de enlace de sus componentes —como los aniones carbonato—, provocando la desorción de CO₂ y la formación de óxidos mixtos con sitios básicos ricos en electrones (Kwon *et al.*, 2020). Estos sitios presentan alta afinidad por el CO₂, de naturaleza electrofílica, lo que permite al material reconstruir parcialmente su estructura original en presencia simultánea de CO₂ y H₂O (Chaillot *et al.*, 2023). Este fenómeno, conocido comúnmente como “efecto memoria”, debe emplearse estrictamente para describir casos en los que el material recupera tanto su estructura como su composición (Martins *et al.*, 2022).

La capacidad de reconstrucción de los materiales derivados de hidrotalcitas es un factor clave para evaluar la estabilidad cíclica de la hidrotalcita Mg-Al-CO₃. En este sentido, diversos autores han investigado este material modificando variables experimentales como la temperatura de calcinación, las condiciones de adsorción —tanto anhidras como en presencia de agua— y la concentración de CO₂ en la corriente de alimentación. La **Tabla 1** resume los estudios más

relevantes sobre hidrotalcitas Mg-Al aplicadas a la captura de CO₂, destacando las condiciones experimentales empleadas, los objetivos planteados y las conclusiones principales.

Tabla 1.

Resumen de estudios previos sobre la estabilidad cíclica, reconstrucción estructural e hidrofobicidad en hidrotalcitas Mg-Al utilizadas para captura de CO₂.

Referencia	Condiciones Experimentales	Objetivo del estudio	Conclusión principal
Cheah <i>et al.</i>, (2022).	10 ciclos a 200 °C para la adsorción y 400 °C para la desorción con CO ₂ puro.	Evaluar la estabilidad cíclica de HT Mg-Al.	La capacidad de adsorción se estabilizó tras 5 ciclos, pero sin evidencia clara de reconstrucción estructural.
Qin <i>et al.</i>, (2017).	Calcinación a 400 °C durante 1 h con un flujo de N ₂ puro (40 mL/min), seguida de exposición al aire por 15 días.	Estudiar recuperación estructural tras calcinación.	Observaron reaparición de picos de cristalinidad, pero no durante los ciclos; análisis solo ex situ.
Pérez-Ramírez <i>et al.</i>, (2007).	Activación a 450 °C y rehidratación en N ₂ con 2% H ₂ O, análisis in situ.	Comprobar regeneración estructural.	Reaparecieron picos cristalinos durante rehidratación controlada, pero sin probar capacidad adsorbente.
Wang, Q <i>et al.</i>, (2010).	10 ciclos con 14% CO ₂ en aire.	Evaluar capacidad de adsorción cíclica con mezcla gaseosa.	Incremento en capacidad hasta el ciclo 10; no se reporta reconstrucción estructural.
Veerabhadra ppa <i>et al.</i>, (2021).	10 ciclos, a 200 °C para la adsorción y 400 °C para la desorción con CO ₂ puro.	Evaluar estabilidad y efecto de temperatura de calcinación.	Perdió 19% de capacidad en 5 ciclos; atribuido a una alta temperatura de calcinación.
Ram Reddy <i>et al.</i>, (2006).	Análisis DRX tras calcinación a distintas temperaturas.	Optimizar temperatura de activación.	Se deben evitar temperaturas que eliminen totalmente la cristalinidad. La estructura influye en la estabilidad.
Iruretagoyen a Ferrer, (2016).	Espectros IR para analizar modos vibracionales de CO ₃ ²⁻ y OH ⁻ .	Comprender estructura química de la hidrotalcita.	Determinó tipos de enlaces carbonato y su relación con estructura; evalúa reconstrucción.

Los estudios revisados sugieren que la humedad requerida para activar el efecto memoria también compite por los sitios básicos responsables de la captura de CO₂. Siendo así, Pérez-Ramírez *et al.* (2007) demostraron la reaparición de picos cristalinos bajo rehidratación controlada con vapor de agua, aunque sin evaluar la capacidad de adsorción en varios ciclos, lo que indica que la reconstrucción estructural no siempre se traduce en recuperación funcional. De forma similar, Qin *et al.* (2017) observaron la recuperación parcial de la cristalinidad tras la exposición al aire durante 15 días de una muestra calcinada, pero en condiciones *ex situ* y sin seguimiento tras varios ciclos de captura. Estos hallazgos apuntan a que la afinidad superficial al agua —expresada como hidrofiliidad o hidrofobicidad— es una variable clave, dado que regula tanto la cinética de reconstrucción como la competencia entre H₂O y CO₂ por los sitios básicos. A su vez, Iruretagoyena Ferrer (2016), mediante espectroscopía infrarroja, confirmó la diversidad de especies carbonato e hidroxilo y su relación con la estabilidad, lo que evidencia que la química interlamina condiciiona simultáneamente la conservación estructural y la capacidad de adsorción.

Por otra parte, los trabajos realizados en atmósferas sin humedad muestran tendencias distintas. Cheah *et al.* (2022) reportaron que la capacidad de adsorción se estabiliza tras tres ciclos en CO₂ puro, aunque sin señales claras de reconstrucción estructural. Veerabhadrapa *et al.* (2021) encontraron una pérdida del 19 % en los primeros cinco ciclos bajo condiciones similares, atribuida a una calcinación inadecuada, mientras que Ram Reddy *et al.* (2006) advirtieron que temperaturas excesivas pueden eliminar irreversiblemente la cristalinidad, comprometiendo la estabilidad cíclica. En contraste, Wang *et al.* (2014) observaron un aumento progresivo en la capacidad de adsorción durante diez ciclos con una mezcla gaseosa de 14 % de CO₂ en aire, aunque sin evidencia de reconstrucción estructural, lo que sugiere que atmósferas diluidas favorecen interacciones

transitorias de carbonatos y bicarbonatos que potencian la captura, aunque sin restaurar el apilamiento laminar.

En conjunto, estos resultados muestran que la literatura aborda por separado la evolución estructural y la respuesta funcional a múltiples ciclos de adsorción-desorción, sin correlacionarlas directamente bajo condiciones de operación. La evidencia disponible revela que, aunque la reconstrucción puede inducirse por la presencia de agua (Pérez-Ramírez *et al.*, 2007; Qin *et al.*, 2017), esto no asegura la recuperación de la capacidad adsorbente, mientras que en atmósferas secas (Cheah *et al.*, 2022; Veerabhadrapa *et al.*, 2021) la capacidad se estabiliza o disminuye sin señales de reordenamiento estructural.

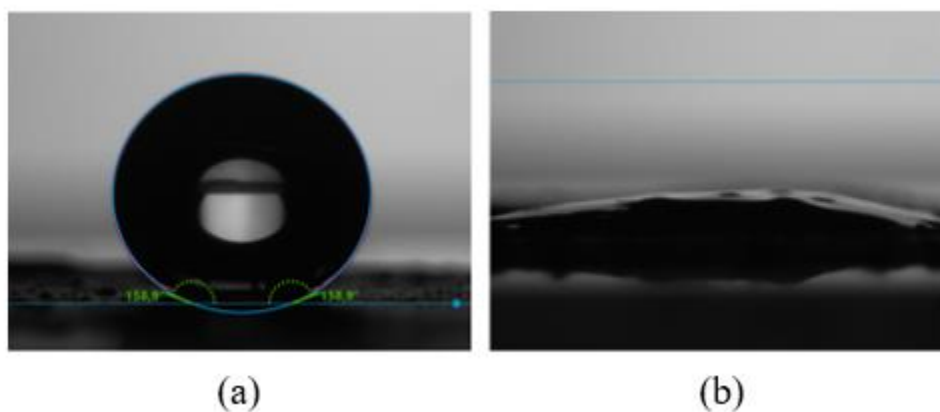
Los estudios revelan que el agua ejerce una influencia estructural y funcional sobre la capacidad de adsorción de CO₂. En particular, la hidrotalcita muestra dos comportamientos frente al agua: la **Figura 2a** muestra el estado hidrofóbico cuando se encuentra en su estado cristalino original y la **Figura 2b** muestra su estado hidrofílico tras la calcinación, es decir, cuando se transforma en un óxido mixto. Ensayos realizados en el CICAT confirmaron que la hidrotalcita cristalina presenta un ángulo de contacto promedio de $\sim 158.9^\circ$, mientras que, después de la calcinación a 550 °C con una rampa de 2 °C/min, el material mostró un comportamiento hidrofílico al ser evaluado mediante pruebas de gota sésil. Este cambio se atribuyó a la desorción progresiva de carbonatos, lo que disminuye el ángulo de contacto hasta alcanzar el mojado completo de la superficie (Pinzón *et al.*, 2023).

De acuerdo con Pérez-Ramírez *et al.* (2007), el efecto memoria en las hidrotalcitas consiste en su capacidad de recuperar la estructura cristalina tras la realización de tratamientos térmicos. Por lo tanto, si el carácter hidrofóbico está directamente ligado a dicha estructura, cabría esperar que el material recupere también su hidrofobicidad después de regenerarse. En este sentido, al

evaluar la hidrotalcita como adsorbente para la captura cíclica de CO₂, resulta de particular interés monitorear simultáneamente la evolución estructural y la afinidad al agua durante los ciclos.

Figura 2.

Fotografías de las pruebas de ángulo contacto para (a) una muestra de la hidrotalcita y (b) un óxido mixto resultante de la calcinación estática de la hidrotalcita a 450 °C con una rampa de temperatura de 5 °C/min por 2 h en un flujo de nitrógeno de 125 mL/min.



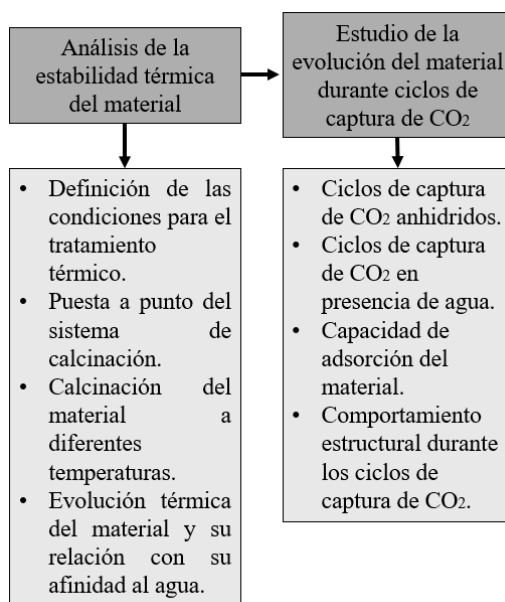
En síntesis, la reconstrucción estructural, la estabilidad cíclica, la hidrofobicidad y la capacidad de adsorción y desadsorción de CO₂ son fenómenos interrelacionados que, hasta ahora, no han sido estudiados de manera sistemática. Esta brecha constituye el problema central que la presente investigación buscó abordar mediante un análisis de la evolución de las estructuras cristalina y química de los materiales en conjunto con el estudio de su compatibilidad con el agua de muestras de una hidrotalcita Mg-Al que fueron sometidas a procesos de calcinación y a ciclos de captura de CO₂, en condiciones anhidras y en presencia de vapor de agua. para su posterior caracterización mediante análisis termogravimétrico, calcinación a temperatura programada, espectroscopía infrarroja y análisis de ángulo de contacto.

3. Metodología

La metodología de este proyecto se dividió en dos etapas: (1) Análisis de la estabilidad térmica del material; (2) Estudio de la evolución del material durante ciclos de captura de CO₂, tal como se muestra en la **Figura 3**.

Figura 3.

Etapas metodológicas planteadas para el desarrollo del proyecto.



3.1 Análisis de la estabilidad térmica del material

3.1.1 Definición de las condiciones para el tratamiento térmico

Para evaluar la estabilidad térmica del material, y identificar la temperatura de desorción de sus componentes, mediante calcinación a temperatura programada en un sistema CATLAB (*Hiden*) acoplado a un espectrómetro de masas QGA (*Hiden*), se estudiaron muestras de una hidrotalcita Mg-Al comercial $\text{--Mg}_6\text{Al}_2(\text{CO}_3)(\text{OH})_{16}\cdot 4\text{H}_2\text{O--}$ (relación Mg/Al = 4.0–5.0). En cada

prueba ~0.1043 g se sometieron a un proceso térmico desde 70 hasta 800 °C con una rampa de 5 °C/min y un flujo continuo de 20 mL/min de argón (Messer grado 5.0) Para validar los resultados de la calcinación a temperatura programada, se realizó un análisis termogravimétrico bajo condiciones de temperatura desde 30 a 800 °C, rampa de 5 °C/min y atmósfera inerte de N₂ (Messer grado 5.0). La señal del espectrómetro de masas se comparó con la curva de pérdida de masa del análisis termogravimétrico. Al comparar las temperaturas de desorción para el H₂O y el CO₂ tanto en la calcinación a temperatura programada como el análisis termogravimétrico, se promediaron, y así se obtuvieron las temperaturas de calcinación a las que se sometería el material para caracterizar su evolución estructural.

3.1.2 Puesta a punto del sistema de calcinación

Para poder calcinar las muestras fue necesario adecuar un sistema de calcinación, dicho proceso se describe a detalle en el **Apéndice A** de este documento.

3.1.3 Calcinación del material a distintas temperaturas

Una vez definidas las temperaturas de calcinación en la **Sección 3.1.1** y adecuados los hornos, se procedió a la calcinación de doce muestras de hidrotalcita Mg-Al, sometidas a seis temperaturas distintas, cada una con su respectiva réplica. Las calcinaciones se realizaron en dos reactores tubulares de borosilicato, utilizando un volumen de muestra de ~4.8 cm³ (equivalente a ~1.6952 g), bajo un flujo de nitrógeno de 120 mL/min durante 2 h. Los rótulos de las muestras y las condiciones específicas de calcinación se presentan en la **Tabla 2**.

Tabla 2.

Temperaturas seleccionadas para calcinar muestras de hidrotalcita fresca en hornos tubulares.

Rótulo	Temperatura de calcinación [°C]
HT-Fresca	---
HT-220°C	220
HT-310°C	310
HT-370°C	370
HT-390°C	390
HT-430°C	430
HT-445°C	445

Nota. Las calcinaciones de las muestras denominadas HT (hidrotalcita) se realizaron bajo un flujo de N₂ de 120 mL/min durante 2 h, empleando una rampa de calentamiento de 5 °C/min.

Tras la calcinación, el sistema se dejó enfriar hasta alcanzar una temperatura segura para su manipulación. Las muestras se depositaron en recipientes cilíndricos tipo *Eppendorf*, extrayéndose ~0.3247 g de cada una para pruebas posteriores. El material restante se almacenó en la cámara de ingreso de una *glove box* bajo vacío, evitando así su exposición a la humedad y a la adsorción no deseada de agua y CO₂ del ambiente.

3.1.4 Evolución térmica del material y relación con su afinidad al agua.

Con las muestras calcinadas se procedió a caracterizar la estructura química mediante Reflectancia Total Atenuada (ATR, por las siglas en inglés de *Attenuated Total Reflectance*) y la estructura cristalina mediante difracción de rayos X. Para los análisis de ATR, los grupos funcionales se identificaron a partir de sus frecuencias vibracionales reportados en bases de datos y literatura. Cada muestra de la **Tabla 2** se analizó en un espectrómetro Nicolet iS50 con accesorio de y cristal de diamante, en el intervalo de 500 a 4000 cm⁻¹. Para evitar interferencias por adsorción de compuestos atmosféricos, se emplearon muestras recién calcinadas o almacenadas al vacío.

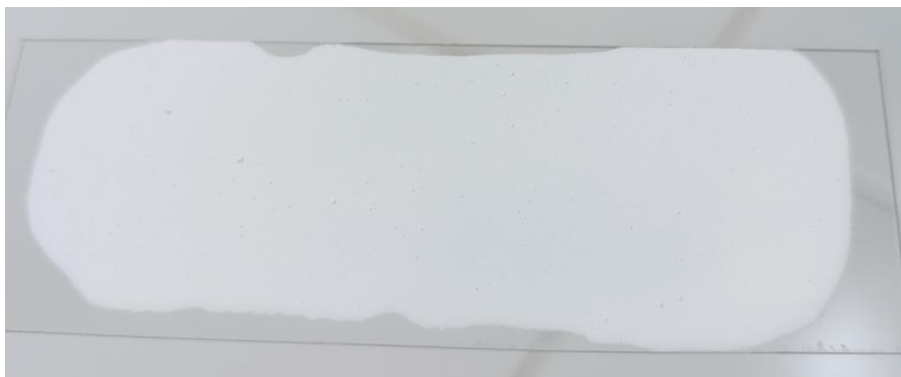
durante estas pruebas. Antes de cada medición, se limpiaron tanto el cristal como la punta de presión del instrumento con alcohol isopropílico. Cada espectro se adquirió con resolución de 4 cm⁻¹ y 64 escaneos, incluyendo su respectivo *background*, asegurando buena relación señal/ruido y repetibilidad. Cada muestra se colocó directamente sobre el cristal ATR y se aplicó presión manual hasta formar una película continua. Estas mediciones se realizaron entre febrero y mayo en el laboratorio 105 del CICAT del Parque Tecnológico de Guatiguará (Piedecuesta, Santander), bajo condiciones ambientales de 22–25 °C y 60–70 % de humedad relativa (IDEAM, 2025).

Por otra parte, el análisis por DRX se realizó en un difractómetro BRUKER D8 ADVANCE con geometría DaVinci, operando a 40 kV y 40 mA, empleando radiación CuK α_1 ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$) y filtro de níquel. La detección se efectuó mediante un detector lineal LynxEye. Además, con el fin de verificar el estado y la cristalinidad del material, se analizó mediante difracción de rayos X una muestra de hidrotalcita Mg–Al sin modificar y se comparó con el patrón de hidrotalcita comercial registrado en el PDF 89-0460 de la base de datos del software DIFFRAC.EVA (ver **Figura B.1 del Apéndice B**), para identificar posibles irregularidades estructurales. Una vez confirmada la integridad del material, se analizaron cinco muestras especificadas en la **Tabla 2** (exceptuando aquellas calcinadas a 370 °C y 390 °C).

Adicionalmente, para estudiar el comportamiento de las muestras del material en presencia de agua fue necesario preparar una superficie uniforme. Dado que la hidrotalcita es un polvo similar al talco en su consistencia, se preparó una dispersión de hidrotalcita en etanol (Merck, 99 %), la cual se depositó sobre un portaobjetos mediante goteos con una micropipeta, logrando una cobertura homogénea. Tras la evaporación espontánea del etanol, se obtuvo una superficie adecuada para las mediciones, como se muestra en la **Figura 4**.

Figura 4.

Placa portaobjetos utilizada para las pruebas de ángulo de contacto con ~290 μ L de dispersión hidrotalcita-etanol concentrada al 0.1 g hidrotalcita/mL etanol.



Una vez preparada la superficie, las pruebas de afinidad al agua se realizaron en el equipo DSA25E (KRÜSS) mediante la configuración de gota sésil. Para cada medición, se depositó cuidadosamente una gota de agua destilada de aproximadamente 9.65 μ L sobre la muestra utilizando una jeringa con aguja de 0.5 mm de diámetro externo. La altura de deposición se controló manualmente, manteniendo la aguja a ~5 mm de la superficie. La imagen lateral de la gota se capturó con una cámara de alta resolución CF04 (DSI), y el ángulo de contacto se calculó automáticamente mediante el ajuste Young–Laplace implementado en el software ADVANCE del instrumento.

Previo a las mediciones, se consideró que factores como la concentración de la dispersión y el volumen depositado sobre el portaobjetos podían afectar la determinación de la hidrofobicidad. Para descartar la influencia de la concentración de hidrotalcita/etanol, se prepararon tres dispersiones con concentraciones aproximadas de 0.1, 0.3 y 0.5 g de hidrotalcita/mL de etanol, pesando 0.2045, 0.6014 y 1.0081 g de hidrotalcita fresca, respectivamente. Cada muestra se dispersó en 2 mL de etanol en viales individuales y se homogeneizó durante 2 min en un agitador Vortex V1 Plus (BOECO).

Para evaluar la influencia del volumen depositado sobre el ángulo de contacto de la superficie contra el agua, se empleó un diseño unifactorial completamente aleatorizado con el factor Volumen a tres niveles (160, 240 y 290 μL). Se realizaron 5 réplicas por nivel ($n = 5$) y los resultados se analizaron mediante ANOVA unidireccional. Los valores obtenidos del ángulo de contacto de la hidrotalcita contra el agua se presentan en las **Figuras C.1 y C.2**, así como en las **Tablas C.1 y C.2 del Apéndice C**.

3.2 Estudio de la evolución del material durante ciclos de captura de CO₂

3.2.1 *Ciclos de captura de CO₂ anhidridos*

Con el fin de evaluar el comportamiento de la hidrotalcita en la captura de CO₂, se utilizó un equipo CATLAB acoplado a un espectrómetro de masas QGA. El material se sometió inicialmente a un ciclo único de captura, compuesto por tres etapas: activación del adsorbente, adsorción de CO₂ y desorción de CO₂. La activación y la desorción consistieron en calentar el material a 450 °C durante 2 h, con una rampa de 5 °C/min y un flujo de 18 mL/min de Ar más 2 mL/min de He (Messer 5.0). Las condiciones de adsorción variaron según la temperatura de estudio, se detallan en la **Tabla 3**. Para evaluar el efecto de la temperatura en la etapa de adsorción, el material se enfrió hasta 50 °C o 200 °C y posteriormente se expuso durante 2 h a una corriente de 20 mL/min compuesta por He, CO₂ (Messer 5.0) y Ar.

Tabla 3.

Parámetros usados en las pruebas realizadas en el CATLAB a presión atmosférica: masa de muestra, caudal de gas, temperatura y duración del experimento.

Prueba	N°		HT 1	HT 2	HT 3	HT 4
	Masa	[g]	0.2803	0.2807	0.2801	0.2805
Adsorción	Temperatura [°C]		50	50	200	200
	Flujos [mL/min]	Ar	16	16	14	12
		He	2	2	2	2
		CO ₂	2	2	4	6
	Tiempo	[min]	30	120	120	120

Nota. HT 1, 2, 3, 4 son experimentos realizados a las muestras de hidrotalcita Mg-Al con variaciones en temperatura, flujos de Ar y flujos de CO₂ en las etapas.

3.2.2 Ciclos de captura de CO₂ en presencia de agua

Ahora apoyados en estudios como el de Pérez-Ramírez et al. (2007), donde se realizaron pruebas en presencia de agua, se decidió incorporar agua en los ensayos de captura de CO₂. Para ello fue necesario acondicionar el saturador del equipo CATLAB, procedimiento descrito en el **Apéndice D**. Una vez instalado, se llevaron a cabo pruebas de adsorción cíclica de CO₂ empleando dos muestras de hidrotalcita Mg-Al, denominadas HT 10 ciclos y HT 15 ciclos, en función del número de ciclos realizados. Los pesos iniciales de los sólidos fueron de 0.2802 g y 0.2806 g, respectivamente.

Cada prueba de adsorción de CO₂, independientemente del número de ciclos realizados, se compuso de tres etapas: activación, adsorción y desorción. Tanto la etapa de activación como la de desorción consistieron en calentar la muestra a 450 °C durante 2 h, con una rampa de 5 °C/min, bajo un flujo de 18 mL/min de Ar y 2 mL/min de He (Messer 5.0). Por su parte, la etapa de adsorción consistió en exponer el material a 50 °C durante 90 min, empleando una corriente

gaseosa compuesta por He (2 mL/min), CO₂ (2 mL/min) y una corriente de Ar (16 mL/min) saturada en una columna de adsorción con H₂O a 40 °C y 1 atm con un flujo de H₂O resultante de (~0.58 mL/min), la condensación de agua en las líneas se evitó a través del calentamiento automático de la línea a través del equipo.

3.2.3 *Capacidad de adsorción del material*

Para la cuantificación la capacidad de adsorción de CO₂ de la hidrotalcita, el área bajo la curva de la señal normalizada del espectrómetro de masas, empleando el software de uso libre Fityk (Wojdyr, 2010) para el ajuste de curvas. La calibración se efectuó tomando como referencia la etapa de adsorción, puesto que se contaba con su flujo de gas, y se establecieron relaciones proporcionales para estimar el volumen y la masa de CO₂ desorbido, normalizando los resultados respecto a la masa de hidrotalcita empleada.

Con base en esto, se formuló la **Ecuación 1**, la cual permite estimar el volumen de CO₂ desorbido y usando gases ideales **Ecuación 2** se determinó su equivalente en masa [mg].

$$\frac{V_{des}}{A_{des}} = \frac{V_{ads}}{A_{ads}} \quad (Ec. 1)$$

$$P * V = \frac{m}{PM} * R * T \quad (Ec. 2)$$

Nota. Nomenclatura: V_{des}: Volumen de desorción, V_{ads}: Volumen de adsorción, A_{des}: Área de desorción, A_{ads}: Área de adsorción, P: presión, V: Volumen de CO₂, m: masa, PM: peso molecular, R: constante de los gases ideales y T: Temperatura.

Teniendo cuantificados los valores de capacidad de adsorción se calculó la pérdida acumulada de capacidad de adsorción, definida como la variación de la capacidad de adsorción a lo largo de los ciclos en comparación con la capacidad máxima registrada en el primer ciclo.

Adicionalmente, para determinar si la capacidad de adsorción del material alcanzó su punto de estabilización, se tomaron los datos de adsorción de CO₂ de los últimos cinco ciclos y se realizó un análisis porcentual utilizando la **Ecuación 3**.

$$\text{Cambio porcentual} = \frac{V_n - V_{n-1}}{V_{n-1}} * 100 \quad (\text{Ec. 3})$$

Nota. Nomenclatura: V_n: valor actual de capacidad de adsorción de CO₂, V_{n-1} valor anterior de capacidad de adsorción de CO₂, iniciando desde el ciclo 10 para poder tener un valor de referencia para el ciclo 11.

3.2.4 Comportamiento estructural durante los ciclos de captura de CO₂

Para evaluar si el material experimentó reconstrucción durante los ciclos de captura de CO₂, se realizaron análisis de DRX y ATR en las muestras HT 10 ciclos y HT 15 ciclos, con el objetivo de evidenciar si las muestras recuperaron las mismas características estructurales observadas en la hidrotalcita sin ninguna modificación.

4 Resultados y discusión

La presentación de los resultados se ha organizado de acuerdo con el orden descrito en la sección metodológica, salvo aquellos casos que fue necesario definir en la misma sección.

4.1 Estabilidad térmica del material

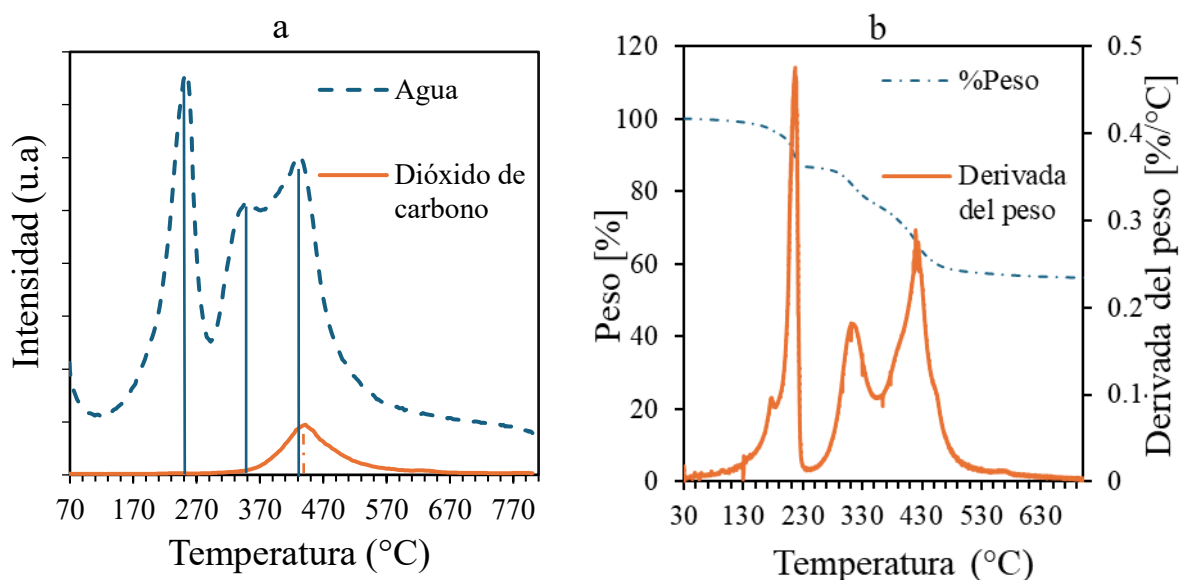
4.1.1 Calcinación del material a diferentes temperaturas

La **Figura 5a** muestra los resultados de la calcinación a temperatura programada, donde se siguió la temperatura de desorción del agua y del dióxido de carbono, en comparación con el

análisis termogravimétrico (**Figura 5b**), en el que se registró la pérdida de masa de la muestra y la derivada de dicha pérdida con respecto a la temperatura.

Figura 5.

(a) Perfil de descomposición térmica obtenido mediante calcinación a temperatura programada, comparado con (b) el perfil de pérdida de masa y su derivada correspondiente obtenido en el análisis termogravimétrico.



En la **Figura 5a** se observa que la señal correspondiente al agua presenta tres picos, con máximos valores de desorción ubicados aproximadamente en 250 °C, 350 °C y 430 °C, siendo el primero el de mayor intensidad. En contraste, la señal del dióxido de carbono muestra un único pico alrededor de 450 °C. Cada uno de estos aumentos en la intensidad de la señal corresponden a la liberación de agua o CO₂ desde la estructura del material.

En el caso del agua, el pico a ~250 °C se asocia con agua físicamente adsorbida, débilmente retenida en la superficie o en poros accesibles. La liberación de esta fracción será referida como deshidratación. Las señales a ~350 °C y ~430 °C corresponden a la deshidroxilación de la estructura, entendida como la descomposición térmica en la que los grupos –OH de la estructura

del material y que se liberan en forma de agua (Suescum Morales *et al.* 2022). Este proceso implica la pérdida progresiva de grupos hidroxilo coordinados a las fases metálicas del material. La liberación de dichos grupos coincide con el único pico de desorción de carbonatos observado a ~445 °C lo que podría sugerir que están relacionados.

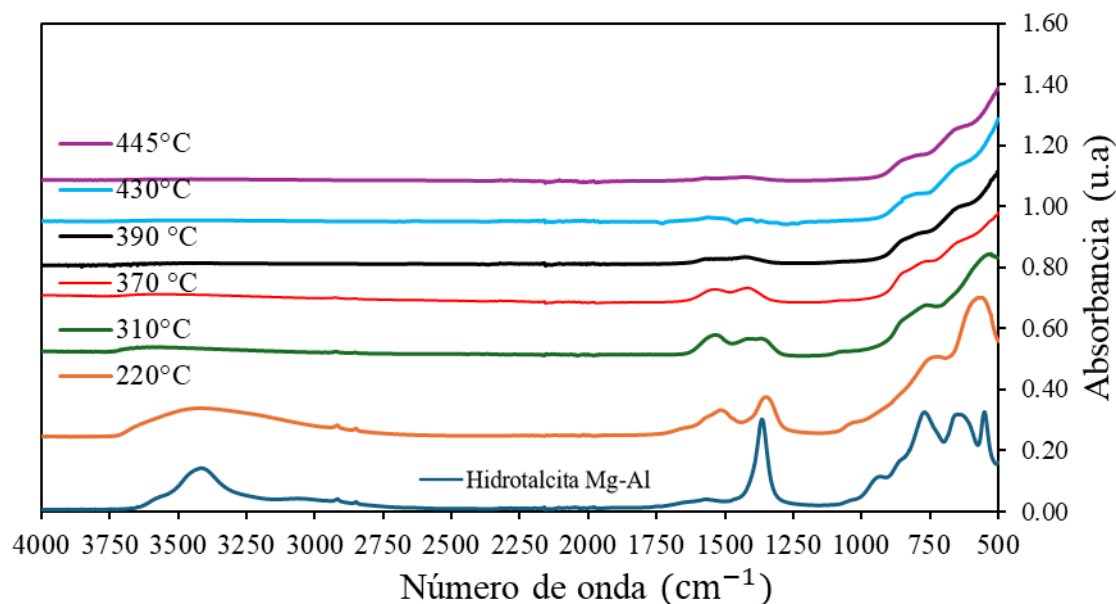
Estos resultados son consistentes con el análisis termogravimétrico **Figura 5b** donde se identifican pérdidas de peso en torno a ~220 °C, ~310 °C y ~430 °C, en concordancia con las transiciones detectadas en la calcinación a temperatura programada. Estudios previos, como el de Matsuda *et al.* (2024), reportan un comportamiento similar y describen la eliminación del agua en tres etapas: liberación del agua interlaminar, deshidroxilación parcial y deshidroxilación completa. En esta última, además, se detecta simultáneamente la liberación de dióxido de carbono, lo que concuerda con los resultados de este estudio, por lo cual las temperaturas seleccionadas para las pruebas de calcinación son 220, 310 y 445 °C.

4.1.2 Evolución térmica del material y relación con su afinidad al agua

La **Figura 6** muestra la evolución de los grupos funcionales de la hidrotalcita sometida a calcinación en función de la temperatura.

Figura 6.

Espectros infrarrojos (ATR) de la hidrotalcita Mg–Al sometida a calcinación dinámica bajo flujo de N₂ (120 mL/min) durante 2 h, a diferentes temperaturas entre 25 y 445 °C.



La hidrotalcita fresca (primera curva ascendente) presenta varios picos característicos, de los cuales destaca un pico ancho en 3410 cm^{-1} , cuya forma indica un alto grado de ordenamiento y se asocia con puentes de hidrógeno entre grupos —OH y moléculas de agua interlaminares (Qu et al., 2016). Le siguen dos picos muy pequeños en 3064 y 2917 cm^{-1} , que convencionalmente en la literatura atribuyen a enlaces C—H (Kagunya et al. 1988), sin embargo, este tipo de enlaces no se observaron en nuestras muestras.

Por otro lado, entre 2000 y 1000 cm^{-1} aparecieron picos correspondientes a los carbonatos en la estructura, de los cuales se identificó una banda pequeña en 1557 cm^{-1} y un pico intenso en 1360 cm^{-1} que se asocian con carbonatos mono-dentados asimétricos y simétricos, respectivamente (Coenen et al., 2019).

En cuanto a la evolución térmica de los grupos funcionales tras la calcinación de las muestras, en los espectros infrarrojos (ATR) de la **Figura 6**, la doble banda entre 1557 y 1360 cm^{-1}

de la hidrotalcita fresca, presentó desplazamientos y atenuaciones significativas conforme aumentaba la temperatura de calcinación para cada muestra. A 220 °C, la frecuencia del modo simétrico desplazó a 1345 cm⁻¹, mientras que el modo asimétrico permanece dentro del rango. En este caso, $\Delta\nu_3$ disminuye de ~200 cm⁻¹ a ~140 cm⁻¹ por debajo de 370 °C, lo que sugiere una redistribución de la carga eléctrica (Coenen *et al.*, 2018).

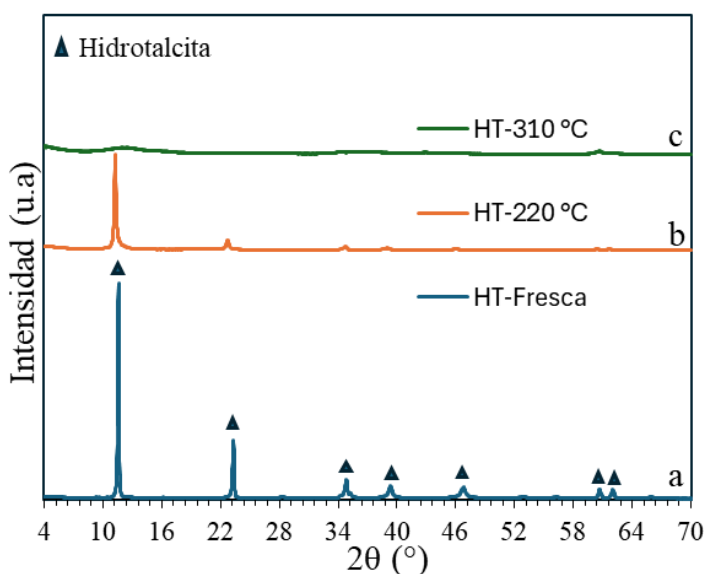
La deshidratación de la hidrotalcita inicio alrededor de los 70 °C y alcanzó su máximo en torno a los 220 °C. Durante esta etapa, el pico ancho a 3410 cm⁻¹ se intensificó, reflejando la liberación de agua, y desapareció completamente a 310 °C, lo que confirma la ausencia de agua interlaminar. No obstante, la estructura aún conservó grupos –OH, que, según Muriithi *et al.* (2016), se encuentran enlazados por puentes de hidrógeno y, como se observa en la **Figura 6**, se liberaron junto con carbonatos en entre 370 y 450 °C.

La temperatura de 370 °C es crucial pues coincide en la desaparición tanto de los picos asociados a carbonatos enlazados por puentes de hidrogeno como los correspondientes a los grupos -OH no deshidroxilados en 3064 y 2917 cm⁻¹. Por lo tanto, es plausible que estos picos estén vinculados con interacciones entre el CO₂ presente en la estructura y los grupos –OH (Kagunya *et al.* 1988), explicando la completa descomposición aniónica y la pérdida definitiva de la estructura laminar.

Para evaluar la influencia de los tratamientos térmicos realizados sobre la cristalinidad se presenta la **Figura 7** en la que se detallan los patrones de difracción de rayos X de muestras de hidrotalcita de Mg–Al calcinadas a diferentes temperaturas, junto con el difractograma correspondiente a la estructura sin ninguna modificación denominada HT-Fresca.

Figura 7.

Patrones de difracción de las muestras: (a) hidrotalcita fresca, (b) hidrotalcita calcinada a 220 °C y, (c) hidrotalcita calcinada a 310 °C. Las muestras fueron calcinadas por 2 h bajo un flujo de 120 mL/min de nitrógeno con una rampa de calentamiento de 5 °C/min.



En el patrón de difracción correspondiente a la muestra HT-Fresca (**Figura 7a**) se identifican los picos característicos de la estructura de la hidrotalcita en 11.62°, 23.31°, 34.79°, 39.34°, 46.81°, 60.59° y 61.93°. La presencia de señales intensas y bien definidas confirma la alta cristalinidad del material.

Al calcar el material se produjeron cambios significativos en su estructura. En la curva correspondiente a HT-220 °C, mostrada en la **Figura 7b**, se observó una disminución casi total de los picos característicos, aunque persistieron los ubicados en 11.629° y 23.38°. En la curva HT-310 °C, vista en la **Figura 7c**, se evidencio la desaparición completa de los picos característicos, lo que indico la pérdida total de la naturaleza cristalina de la hidrotalcita.

Al comparar los intervalos de temperatura de liberación de agua de la hidrotalcita (**Sección 4.1.1**) con los patrones de difracción de rayos X, se observó que entre 25 °C y 220 °C ocurrió la

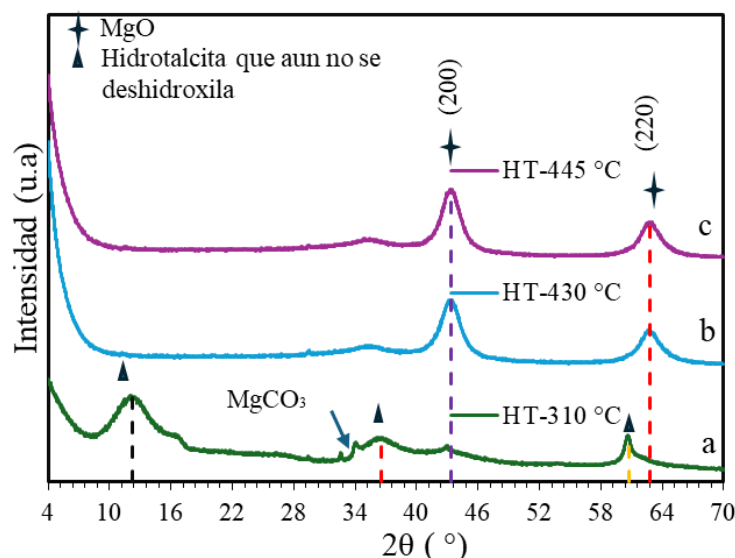
deshidratación y el inicio de la deshidroxilación. Esto sugiere que la primera disminución en la intensidad de los picos de difracción corresponde a dichos procesos, los cuales afectan directamente la cristalinidad del material en lo que haría que los cristales de hidrotalcita aún existan, pero estos tengan pequeños desplazamientos (Thomas *et al.* 2004). Este comportamiento coincide con lo reportado en la literatura. Suescum-Morales *et al.* (2022) lo atribuyen a la deshidratación de la estructura, que modifica sus características cristalinas.

Por otro lado, la transición entre 220 °C y 310 °C se asocia con la eliminación completa del agua de la estructura y con el inicio de la deshidroxilación (-OH). Este comportamiento concuerda con lo reportado por Iturbe-García *et al.* (2019), Miyata (1980) y Wiyantoko *et al.* (2015), quienes observaron que entre 200 y 350 °C se pierde por completo la fase cristalina. En consecuencia, dado que en el rango de 200–300 °C la principal pérdida de peso corresponde a la salida de agua asociada a la deshidroxilación, se infiere que la presencia de los grupos -OH resulta determinante para mantener la cristalinidad del material.

Por otro lado, la **Figura 8** muestra los patrones de difracción de rayos X de muestras de hidrotalcita Mg-Al calcinadas a temperaturas superiores a 310 °C.

Figura 8.

Patrones de difracción de rayos X de la hidrotalcita calcinada bajo atmósfera estática de N₂ (120 mL/min) durante 2 h, con una rampa de calentamiento de 5 °C/min, a diferentes temperaturas: a) 310 °C, b) 430 °C y c) 445 °C.



Nota. El patrón de difracción de rayos X correspondiente a la muestra HT-310 °C es el mismo que el presentado en la **Figura 7**; sin embargo, en la **Figura 8** se aprecia de manera diferente, ya que en esta se muestra la gráfica completa tomando como referencia dicho patrón. En contraste, en la **Figura 7** el patrón de referencia correspondía a la muestra HT-Fresca, cuyos picos son mucho más intensos, lo que genera la impresión de que la muestra calcinada a 310 °C no presenta señales definidas en dicha Figura.

Realizando una ampliación a los patrones correspondientes a temperaturas superiores a 310 °C se observa que la muestra HT-310 °C (**Figura 8a**) aún conserva vestigios de tres picos característicos de la estructura cristalina, localizados en 11.62°, 34.79° y 60.59°. Esto sugiere que el material no ha completado el proceso de deshidroxilación. En contraste, en las muestras calcinadas a 430 °C y 445 °C (**Figuras 9b y 9c**, respectivamente), los picos característicos de la

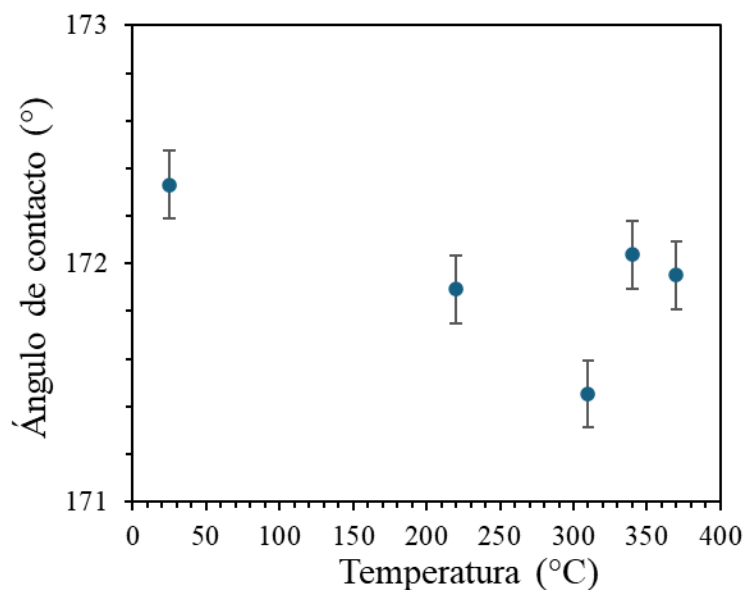
hidrotalcita desaparecen por completo, y en su lugar aparecen nuevos picos en 43.72° y 63.44°. Diversos autores como (Reichle, 1986; Suescum Morales *et al.*, 2021) atribuyen estos picos a la formación de periclasa (MgO), resultado de la destrucción de la estructura laminar como consecuencia de la deshidroxilación y descarbonatación, en cuanto a los óxidos de aluminio que desprende la muestra producto de su calcinación autores como (Bouzar *et al.*, 2023; Gevers & Labuschagné, 2020) afirman que estos no son detectables mediante análisis DRX puesto que presentan características amorfas y están dispersos en toda la estructura.

Teniendo caracterizado el comportamiento estructural de la hidrotalcita, tanto en su estado original como después de las modificaciones térmicas, se presentan a continuación los resultados de la evaluación de su afinidad al agua durante dichos tratamientos.

En la **Figura 9** se muestran los valores del ángulo de contacto obtenidos para las muestras de hidrotalcita sometidas a diferentes temperaturas, desde la ambiental hasta los 370 °C.

Figura 9.

Angulo de contacto en muestras tratadas térmicamente a diferentes temperaturas con su respectivo error estándar para cada medición.



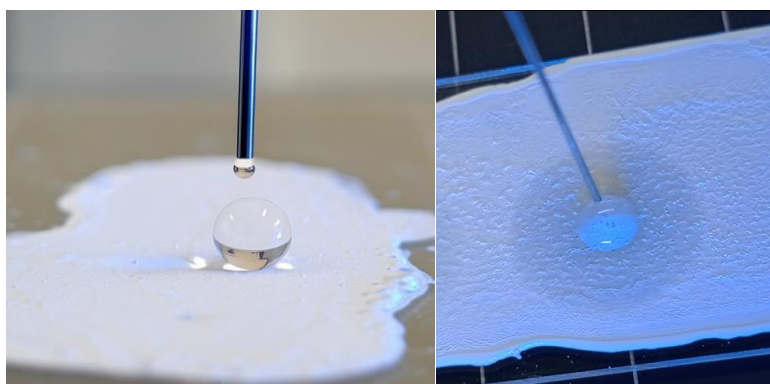
Nota. Cada punto mostrado en la **Figura 9** corresponde al ángulo de contacto medido en las muestras de hidrotalcita Mg–Al, tanto la muestra fresca como las calcinadas a 220, 310, 340 y 370 °C. Las barras verticales asociadas a cada punto representan el error estándar de las mediciones (para más detalles sobre estas estimaciones ver **Apéndice E**).

Mediante un análisis de varianza (ANOVA) aplicado a los datos de la **Figura 1** (**Tabla C.1** del **Apéndice C**), se determinó que, para temperaturas de calcinación inferiores a 370 °C, la hidrotalcita mantiene su carácter hidrofóbico. El error relativo de las mediciones resultó bajo y estable en todos los casos. En este intervalo de temperaturas, desde la muestra sin modificar hasta los 370 °C, el material exhibió un ángulo de contacto con un valor medio de $171.93^\circ \pm 0.69^\circ$, prácticamente independiente de la temperatura de calcinación (**Figura 10a**). En contraste, a 430 °C y 445 °C no se registró un ángulo de contacto medible (**Figura 10b**), ya que las muestras se tornaron completamente hidrofílicas.

En la **Figura 10** se muestran imágenes del comportamiento observado de la hidrotalcita al exponerse al agua.

Figura 10.

Comportamiento del ángulo de contacto de la muestra (a) hidrotalcita calcinada a 370 °C y (b) hidrotalcita calcinada 450, ambas muestras calcinadas en un periodo de 2 h con un flujo de 120 mL/min de N₂.



Nota. La **Figura 10b** se sitúa en el momento en el cual el material está adsorbiendo el agua, dicho proceso tiene una duración aproximada de 1 min.

La temperatura a la que se perdió el carácter hidrofóbico (370 °C) coincidió con la temperatura en la que se pierden los enlaces carbonatos coordinados con grupos hidroxilo, indicando una estrecha relación entre estos enlaces y el carácter hidrofóbico que, aunque se creía estaba relacionado con la cristalinidad del material, resultó no ser así, pues la cristalografía del material se pierde mucho antes que el carácter hidrofóbico.

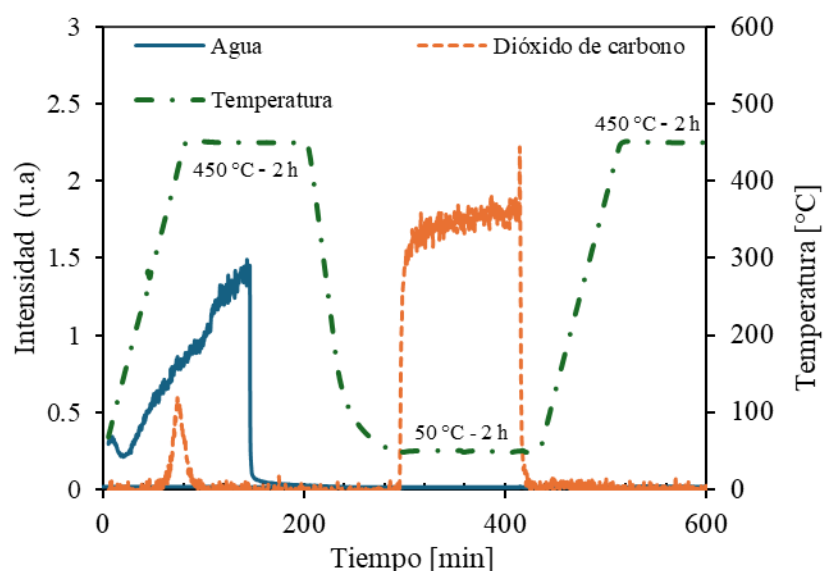
4.2 Estudio de la evolución del material durante ciclos de captura de CO₂

4.2.1 Ciclos de captura de CO₂ anhidridos

En la **Figura 11** se detallan los resultados de la prueba de adsorción de CO₂ anhidra denominada HT 1 bajo las condiciones descritas en la **Sección 3.2.1**.

Figura 11.

Grafica de resultados de la prueba HT 1 realizada en el espectrómetro de masas QGA comparando las señales de H₂O y CO₂ junto con la curva de temperatura.



Se identifican tres etapas principales en la prueba: activación, adsorción y desorción. Durante la etapa de activación, la señal azul correspondiente al H₂O y la señal naranja asociada al CO₂ muestran incrementos notables, lo que indica que tanto el agua retenida como el dióxido de carbono fueron desorbidos.

Posteriormente, en la etapa de adsorción, se observa un aumento en la señal del CO₂, reflejando el ingreso del gas al reactor y su exposición directa a la muestra. Finalmente, en la etapa de desorción, no se registran incrementos en las señales ni de H₂O ni de CO₂, lo que sugiere que ninguno de estos compuestos fue liberado por la hidrotalcita en esta fase. Esto indica que toda el agua presente se eliminó durante la activación y que no hubo adsorción de CO₂ en la muestra.

Estos resultados contrastan con lo reportado por Veerabhadrapa et al. (2021), quienes en sus pruebas con el mismo material observaron una adsorción apreciable de CO₂ por parte de la hidrotalcita, mientras que en este estudio no se encontró evidencia de dicho comportamiento.

A pesar de realizar las pruebas propuestas en la Tabla D.1, ninguna mostró adsorción de CO₂ por parte de la hidrotalcita. En consecuencia, los resultados sugieren que, bajo esas condiciones experimentales evaluadas, la hidrotalcita no es capaz de adsorber CO₂. Además, el comportamiento paralelo observado en la liberación de H₂O y CO₂ durante la etapa de activación sugirió que el agua estructural podría desempeñar un papel importante en la fijación del CO₂ en este tipo de material.

4.2.2 Ciclos de captura de CO₂ en presencia de agua

En la **Figura 12** se observan las curvas de desorción de CO₂ y de H₂O registradas durante la etapa de desorción de la hidrotalcita Mg-Al en los ciclos 1 y 15.

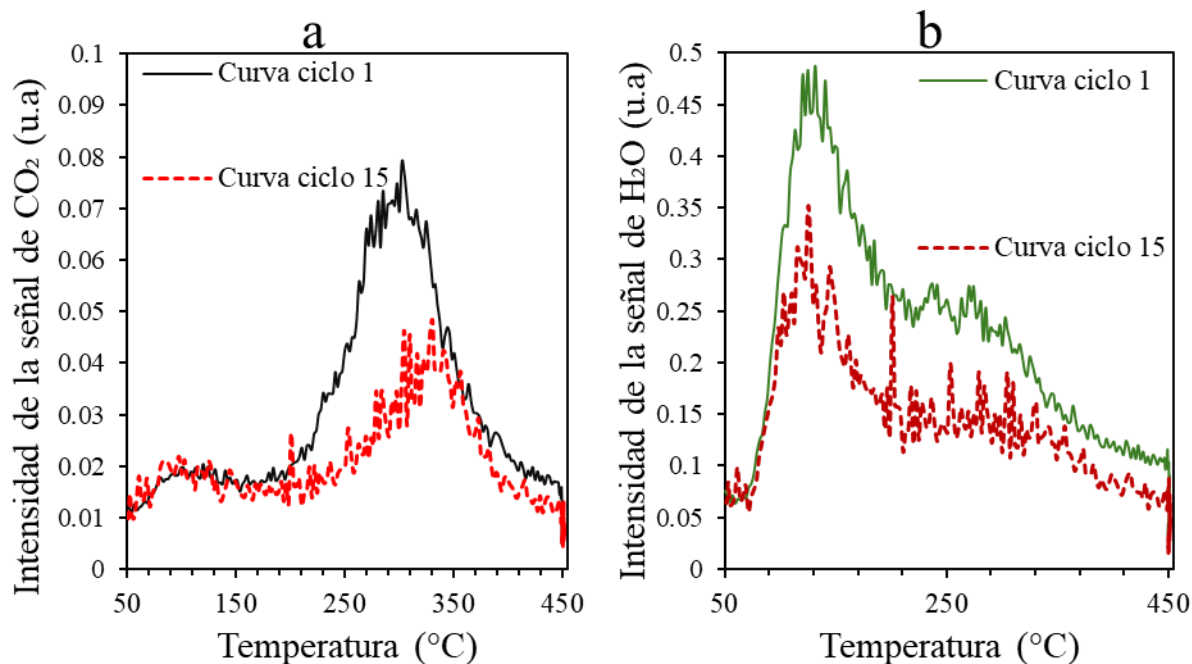
La **Figura 12a** muestra que, en el ciclo 1, la curva registrada confirma que la muestra de hidrotalcita logró adsorber CO₂ de manera efectiva, ya que, de no haberse producido adsorción, no

se habría detectado señal durante la etapa de desorción. Asimismo, se observa que la capacidad de adsorción del material disminuye de forma considerable al comparar el primer ciclo de captura con el ciclo 15.

Al analizar la **Figura 12b**, se observa que el agua presentó un comportamiento similar al de las curvas de CO₂. La capacidad de adsorción de agua disminuyó notablemente entre el ciclo 1 y el ciclo 15, lo que sugiere que la presencia de agua en la estructura ejerce una influencia significativa sobre la adsorción de CO₂. Este hallazgo también explica por qué, en las pruebas de adsorción de CO₂ anhidras realizadas en este estudio (ver **Sección 4.2.1**), no se detectó capacidad de adsorción por parte del material.

Figura 12.

Comparación entre las curvas de (a) desorción de CO₂ correspondientes a los ciclos 1 y 15, y (b) las curvas de desorción de H₂O en los ciclos 1 y 15.



La pérdida de capacidad de adsorción podría atribuirse a la formación progresiva de óxidos de magnesio y aluminio durante la calcinación. Una vez generados, estos compuestos limitan la

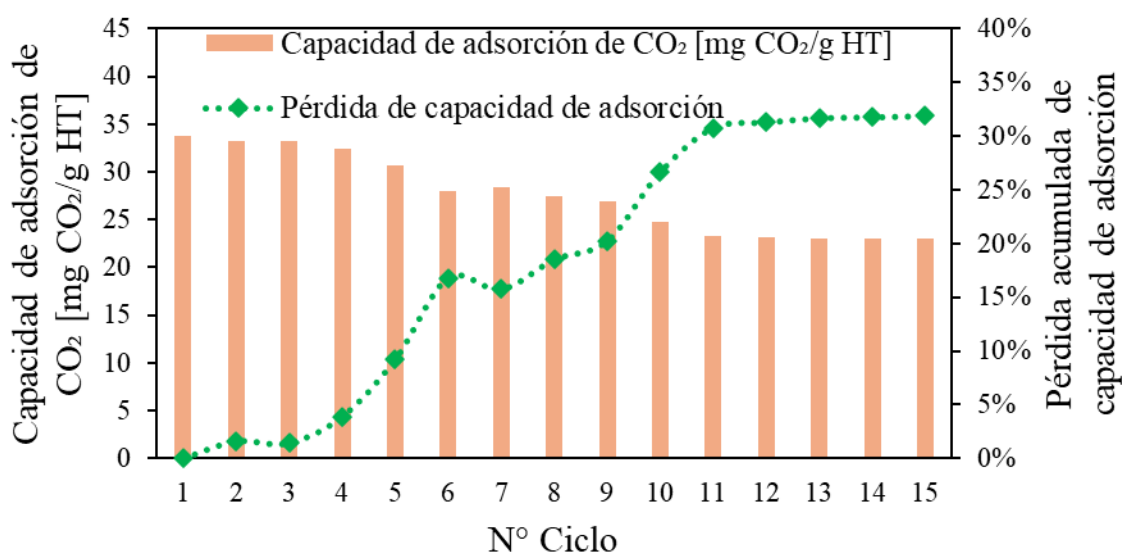
capacidad del material para adsorber CO₂, y dicha restricción se intensifica a medida que la muestra es sometida a más ciclos de adsorción, ya que la acumulación de óxidos de Mg y Al agrava el problema. Esto puede relacionarse por estudios como el de Ramasamy *et al.* (2016) donde sugieren que la formación de estos óxidos disminuye de manera lineal la basicidad de la estructura, lo que repercute directamente en la capacidad de adsorción de CO₂ del material.

4.2.3 Capacidad de adsorción del material

Dado que previamente se ha establecido la relevancia de la presencia de agua en el proceso de adsorción de CO₂, esta tendencia podría estar directamente relacionada con la disminución en la capacidad adsorbente del material. Para comparar cuantitativamente los datos obtenidos en cada ciclo de adsorción, se presenta la **Figura 13**, que resume la capacidad de adsorción de CO₂ de la muestra de hidrotalcita a lo largo de quince ciclos, junto con la pérdida de capacidad correspondiente.

Figura 13.

Grafica de capacidad de adsorción en mg CO₂/g hidrotalcita y su porcentaje de pérdida de capacidad de adsorción de CO₂ desde primer hasta el quinceavo ciclo.



Se observa que la capacidad de adsorción de CO₂ de la hidrotalcita disminuyó desde el primer ciclo hasta el ciclo 15, siendo la caída más pronunciada entre el tercer y el ciclo 11, intervalo en el cual se pierde aproximadamente el 30 % de la capacidad total, tal como se aprecia en la curva de pérdida de capacidad.

Tabla 4.

Tabla comparativa entre algunos comportamientos en la capacidad de adsorción observados en la literatura y este estudio.

Referencia	Comportamiento de la capacidad de adsorción	Pérdida reportada
Cheah <i>et al.</i> (2022); Qin <i>et al.</i> (2017); Veerabhadrapa <i>et al.</i> (2021)	Disminuye entre el 2.º y 5.º ciclo, estabilizándose después del 10.º ciclo.	$\leq 19 \%$ en los mejores casos
Este estudio	Disminuye entre el 1.º y 15.º ciclo, estabilizándose después del 11.º ciclo.	$> 19 \%$

Como se observa en la **Tabla 4** los resultados de este estudio muestran pérdidas superiores frente a la literatura, lo que podría atribuirse a las condiciones de operación empleadas, dado que en este trabajo la adsorción se realizó en presencia de agua, mientras que los estudios citados reportan condiciones variables, desde el uso de CO₂ puro hasta la utilización de aire como gas de alimentación.

Ahora para evaluar si la muestra de hidrotalcita alcanza una estabilización en los últimos cinco ciclos, en la **Figura 13** se observa que la capacidad de adsorción de CO₂ de la hidrotalcita Mg–Al en el ciclo 11 es de aproximadamente 23.3 mg CO₂/g HT, mientras que en el ciclo 15 disminuye ligeramente a ~22.9 mg CO₂/g HT. Dado que esta variación no supera el 5 %, puede

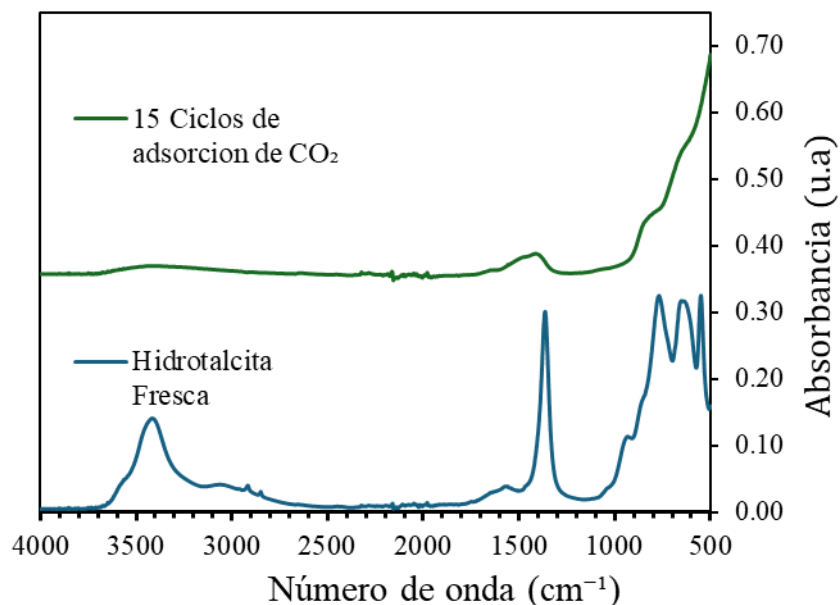
afirmarse que la capacidad de adsorción del material ya se ha estabilizado y no debería presentar pérdidas adicionales significativas en ciclos posteriores. Además, al comparar con la literatura revisada, donde se reportan valores de capacidad en el primer ciclo entre 26.4 y 93.72 mg CO₂/g HT, se concluye que el material evaluado mostró un desempeño acorde con los rangos reportados.

4.2.4 Comportamiento estructural durante los ciclos de captura de CO₂

La **Figura 14** muestra la comparación entre el espectro ATR de la hidrotalcita Mg–Al fresca y el espectro de la muestra sometida a 15 ciclos de adsorción.

Figura 14.

Espectros infrarrojos (ATR) de muestras reconstruidas por exposición a la atmósfera, comparados con la muestra sometida a 15 ciclos de adsorción de CO₂ en presencia de agua comparadas con el espectro original de la hidrotalcita Mg–Al.



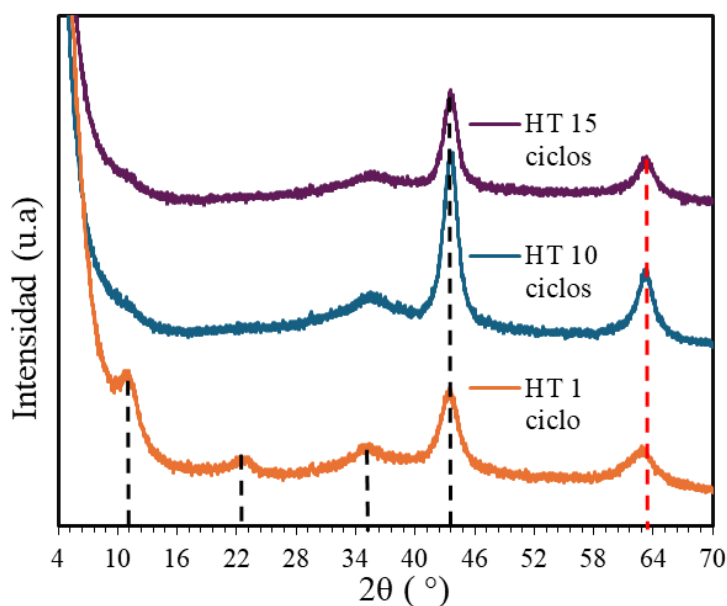
Como podemos observar, no fue posible recuperar los picos ubicados en 3064 y 2917 cm⁻¹, ni restituir la hidrofobicidad del material una vez calcinado por encima de 370 °C. Por lo que

parece ser que estos picos pueden estar relacionados con la pérdida del carácter hidrofóbico del material.

Con el fin de analizar la posible reconstrucción del material durante los ciclos de captura de CO₂, las muestras fueron sometidas a difracción de rayos X. En la **Figura 15** se presentan los patrones correspondientes a los ciclos más representativos, que permiten evaluar el estado estructural del material.

Figura 15.

Patrones de difracción de rayos X realizados a las muestras sometidas a 1, 10 y 15 ciclos de adsorción de CO₂.



En la **Figura 15** se observan tres patrones de difracción de rayos X. El primero en orden ascendente corresponde a la muestra HT 1 que únicamente fue sometida a un ciclo de adsorción. En este patrón de difracción se identifican picos en $\sim 11.63^\circ$, $\sim 23.38^\circ$ y $\sim 34.79^\circ$, los cuales pueden considerarse como vestigios de los picos característicos de la hidrotalcita fresca, aunque con una marcada disminución en su intensidad debido a la descomposición térmica del material. Adicionalmente, se detectan dos picos en $\sim 43.25^\circ$ y $\sim 63.53^\circ$, asociados con la formación de MgO.

En contraste, los patrones de difracción correspondientes a las muestras sometidas a 10 y 15 ciclos de adsorción-desorción de CO₂ (HT-10 y HT-15, respectivamente), muestran la desaparición de los picos atribuidos a los rastros de la estructura original y, en su lugar, un incremento en la intensidad de los picos en $\sim 43.25^\circ$ y $\sim 63.53^\circ$, lo que evidencia la creciente formación de MgO. Este comportamiento coincide con lo descrito en la literatura por autores como Bouzar *et al.* (2023), como la aparición de la fase periclase, indicando una progresiva degradación de la muestra que reduce la posibilidad de reconstruir la estructura original de la hidrotalcita de composición $\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{CO}_3)(\text{OH})_{16}$.

Resultados similares han sido reportados por Palmer *et al.* (2009); Xu *et al.* (2023), quienes observaron la formación de MgO al exponer la hidrotalcita a vapor de agua por periodos inferiores a 48 h, donde concluyeron que independientemente del ambiente donde se encuentre la muestra siempre se dará la formación de los óxidos de Mg. Por otro lado, Qin *et al.* (2017) también reportaron la aparición de MgO, aunque en su caso la muestra de hidrotalcita activada fue expuesta a la atmósfera durante 15 días (ver **Apéndice G**). Sin embargo, estudios como el de (Erickson *et al.*, 2005) muestran que, bajo exposición de los óxidos a agua y aniones adecuados, puede ocurrir en algunos casos la reformación parcial de la estructura original (“Efecto memoria”). Además, López-Martínez y Melián-Cabrera, (2021) estudiaron la cinética de reconstrucción y encontraron que la temperatura y la etapa cinética importan: si bien temperaturas altas favorecen la nucleación inicial, para alcanzar conversiones muy elevadas (98-99 %) puede ser más efectivo operar a temperaturas intermedias y dar tiempo para que el crecimiento controlado por difusión ocurra. Por tanto, aunque la evidencia sugiere que la hidrotalcita tiende a no recuperar por completo su estructura en condiciones ordinarias, esto podría no ser absolutamente inevitable bajo condiciones óptimas de anión, temperatura y tiempo.

5 Conclusiones

Se determinó que la estabilidad cíclica de la hidrotalcita Mg–Al bajo las condiciones evaluadas —activación y desorción a 450 °C durante 2 h con una rampa de 5 °C/min en atmósfera inerte (Ar 18 mL/min y He 2 mL/min), y adsorción a 50 °C durante 90 min en una mezcla de CO₂ (2 mL/min), He (2 mL/min) y Ar (16 mL/min) saturado con H₂O a 40 °C— disminuye rápidamente tras la primera activación, con una pérdida de hasta 30.7 % de la capacidad inicial de adsorción de CO₂. A pesar de ello, en los últimos cinco de los quince ciclos realizados se observó una estabilización con variaciones inferiores al 5 %, lo que sugiere que el material alcanza un equilibrio relativo en su desempeño, aunque sin recuperar la estructura original debido a la acumulación de carbonatos irreversibles en la superficie.

En coherencia con la pérdida progresiva de capacidad de captura, no se evidenció la presencia del efecto memoria en la hidrotalcita Mg–Al. El análisis de difracción de rayos X demostró que la fase rehidratada no recuperó los picos característicos de la estructura original, confirmando que la cristalinidad se pierde desde la primera calcinación por encima de 310 °C. Este hallazgo fue respaldado por los resultados de espectroscopía infrarroja, que mostraron modos de fijación de CO₂ en la estructura que desaparecen tras la calcinación y no se reproducen en ciclos posteriores.

Finalmente, al relacionar estos resultados con el comportamiento hidrofóbico, se encontró que la hidrofobicidad de la hidrotalcita Mg–Al no depende directamente de su grado de cristalinidad y que, una vez el material es sometido a calcinaciones superiores a 370 °C, esta propiedad no se recupera. Aunque el agua resultó ser indispensable para la adsorción de CO₂, no se identificó una correlación simple entre el ángulo de contacto y la capacidad de adsorción, lo que

resalta la necesidad de profundizar en estudios adicionales para esclarecer cómo la reestructuración estructural y la afinidad por el agua influyen en el desempeño del material en procesos de captura de CO₂.

6 Recomendaciones

Técnicas como XPS podrían estudiar más a fondo los compuestos a los que se les atribuye la hidrofobicidad a la hidrotalcita y que se desorben en los rangos de temperatura alrededor de 370 °C y así, determinar si la pérdida de la hidrofobicidad del material se debe a la formación o desorción de un compuesto o enlace en específico.

La incapacidad de recuperar su propiedad hidrofóbica (en las condiciones estudiadas) puede estar estrechamente relacionada con los carbonatos irreversibles que disminuyen notablemente la capacidad de captura en los primeros ciclos, es importante estudiar si mediante ciclos que aseguren la formación de la metafase meixnerita y posterior adsorción de CO₂ es posible disminuir la selectividad por este tipo enlaces irreversibles y recuperar el carácter hidrofóbico.

Referencias

- Bouzar, B., Mamindy-Pajany, Y., & Hurel, C. (2023). Innovative Reuse of Fly Ashes for Treatment of a Contaminated River Sediment: Synthesis of Layered Double Hydroxides (LDH) and Chemical Performance Assessments. *Waste and Biomass Valorization*, 14(11), 3923–3945. <https://doi.org/10.1007/s12649-023-02056-0>
- Chaillot, D., Folliard, V., Miché-Brendlé, J., Auroux, A., Dzene, L., & Bennici, S. (2023). Basic Properties of MgAl-Mixed Oxides in CO₂ Adsorption at High Temperature. *Materials*, 16(16), 5698. 10.3390/ma16165698
- Cheah, L. A., Manohara, G. V., Maroto-Valer, M. M., & Garcia, S. (2022). Impact of Synthesis Method and Metal Salt Precursors on the CO₂ Adsorption Performance of Layered Double Hydroxides Derived Mixed Metal Oxides. *Frontiers in Energy Research*, 1010.3389/fenrg.2022.882182
- Climate Change: Evidence and Causes (2020). The National Academies Press. 10.17226/25733
- Coenen, K., Gallucci, F., Hensen, E., & van Sint Annaland, M. (2019). Kinetic model for adsorption and desorption of H₂O and CO₂ on hydrotalcite-based adsorbents. *Chemical Engineering Journal*, 355, 520–531. 10.1016/j.cej.2018.08.175
- EPA. (2025, Junio). Overview of Greenhouse Gases. <https://www.epa.gov/>. Retrieved 09/06/2025, from <https://www.epa.gov/ghgemissions/overview-greenhouse-gases>
- Erickson, K. L., Bostrom, T. E., & Frost, R. L. (2005). A study of structural memory effects in synthetic hydrotalcites using environmental SEM. *Materials Letters*, 59(2), 226–229. 10.1016/j.matlet.2004.08.035
- Gevers, B. R., & Labuschagné, F. J. W. J. (2020). Green Synthesis of Hydrocalumite (CaAl-OH-LDH) from Ca(OH)₂ and Al(OH)₃ and the Parameters That Influence Its Formation and Speciation. *Crystals (Basel)*, 10(8), 672. 10.3390/cryst10080672
- Hutson, N. D., & Attwood, B. C. (2008). High temperature adsorption of CO₂ on various hydrotalcite-like compounds. *Adsorption : Journal of the International Adsorption Society*, 14(6), 781–789. 10.1007/s10450-007-9085-6
- Iruretagoyena Ferrer, D. (2016). Supported Layered Double Hydroxides as CO₂ Adsorbents for Sorption-enhanced H₂ Production. 10.1007/978-3-319-41276-4
- Iturbe-García, J. L., Bonifacio Martínez, J., Granados Correa, F., & López-Muñoz, B. E. (2019). Behavior of a hydrotalcite type material obtained from MgAl alloy for CO₂ adsorption. *Applied Clay Science*, 183, 105296. 10.1016/j.clay.2019.105296

- Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. (2025, 5 de marzo). Boletín climatológico: febrero de 2025. IDEAM. <https://www.ideam.gov.co/sala-de-prensa/boletines/publicacion-mie-05032025-1200-9>.
- Kagunya, W., Baddour-Hadjean, R., Kooli, F., & Jones, W. (1998). Vibrational modes in layered double hydroxides and their calcined derivatives. *Chemical Physics*, 236(1), 225–234. 10.1016/S0301-0104(98)00234-1
- Kim, S., Yoon, H. J., Lee, C. H., & Lee, K. B. (2023). Effects of alkali-metal nitrate salts on hydrotalcite-based sorbents for enhanced cyclic CO₂ capture at high temperatures. *Journal of CO₂ Utilization*, 77, 102610. 10.1016/j.jcou.2023.102610
- Kwon, D., Kang, J. Y., An, S., Yang, I., & Jung, J. C. (2020). Tuning the base properties of Mg–Al hydrotalcite catalysts using their memory effect. *Journal of Energy Chemistry*, 46, 229–236. 10.1016/j.jechem.2019.11.013
- López-Martínez, M., y Melián-Cabrera, I. (2021). Complex Crystallization Kinetics of a Mg–Al Hydrotalcite and Their Practical Implications from the Process Point of View. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 60(31), 11848–11854. 10.1021/acs.iecr.1c01785
- Martins, V., Miguel, C. V., Gonçalves, J. C., Rodrigues, A. E., & Madeira, L. M. (2022). Modeling of a cyclic sorption–desorption unit for continuous high temperature CO₂ capture from flue gas. *Chemical Engineering Journal*, 434, 134704. 10.1016/j.cej.2022.134704
- Matsuda, K., Okuda, A., Iio, N., Tarutani, N., Katagiri, K., & Inumaru, K. (2024). Chemical and Structural Transformations of M–Al–CO₃ Layered Double Hydroxides (M = Mg, Zn, or Co, M/Al = 2) at Elevated Temperatures: Quantitative Descriptions and Effect of Divalent Cations. *Inorganic Chemistry*, 63(34), 15634–15647. 10.1021/acs.inorgchem.4c01186
- Miyata, S. (1980). Physico-Chemical Properties of Synthetic Hydrotalcites in Relation to Composition. *Clays and Clay Minerals*, 28(1), 50–56. 10.1346/ccmn.1980.0280107
- Muriithi, C., Laatikainen, L., Mäki-Arvela, P., & Salmi, T. (2016). Thermal decomposition behavior of carbonate-containing Mg–Al hydrotalcites: Influence of interlayer anions. *Applied Clay Science*, 123, 79–89. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.03.010>
- NASA. (2025, Junio de). Dióxido de carbono | Signos vitales - Climate Change - NASA. Retrieved 09/06/2025, from <https://climate.nasa.gov/en-espanol/signos-vitales/dioxido-de-carbono/?intent=111>
- OMM. (2025, Junio). La Organización Meteorológica Mundial confirma que 2024 fue el año más cálido jamás registrado al superar en cerca de 1,55 °C los niveles preindustriales. <https://wmo.int/es>. Retrieved 09/06/2025, from <https://wmo.int/es/news/media-centre/la-organizacion-meteorologica-mundial-confirma-que-2024-fue-el-ano-mas-calido-jamas-registrado-al>

- ONU. (2025, Junio). La concentración de gases de efecto invernadero alcanza otro récord y van demasiados. <https://news.un.org/es/>. Retrieved 09/06/2025, from <https://news.un.org/es/story/2023/11/1525662#:~:text=El%20CO2%20es%20responsable%20del,de%20gases%20de%20efecto%20invernadero>.
- Palmer, S. J., Spratt, H. J., & Frost, R. L. (2009). Thermal decomposition of hydrotalcites with variable cationic ratios. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 95(1), 123–129. 10.1007/s10973-008-8992-4
- Pérez-Ramírez, J., Abelló, S., & van der Pers, N. (2007). Memory Effect of Activated Mg-Al Hydrotalcite: In Situ XRD Studies during Decomposition and Gas-Phase Reconstruction. *Chemistry : A European Journal*, 13(3), 870–878. 10.1002/chem.200600767
- Pinzón, J., Sarmiento, S., García, J., Valderrama, R., & Baldovino, V. (2023). Pérdida de la hidrofobicidad de una hidrotalcita Mg-Al tras su calcinación. 10.13140/RG.2.2.12426.38082/1
- Qin, Q., Wang, J., Zhou, T., Zheng, Q., Huang, L., Zhang, Y., Lu, P., Umar, A., Louis, B., & Wang, Q. (2017). Impact of organic interlayer anions on the CO₂ adsorption performance of Mg-Al layered double hydroxides derived mixed oxides. *Journal of Energy Chemistry*, 26(3), 346–353. 10.1016/j.jechem.2017.01.003
- Qu, J., He, X., Wang, B., Zhong, L., Wan, L., Li, X., Song, S., & Zhang, Q. (2016). Synthesis of Li-Al layered double hydroxides via a mechanochemical route. *Applied Clay Science*, 120, 24–27. 10.1016/j.clay.2015.11.017
- Ram Reddy, Z. P. Xu, G. Q. (Max) Lu, & J. C. Diniz da Costa. (2006). Layered Double Hydroxides for CO₂ Capture: Structure Evolution and Regeneration. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 45(22), 7504–7509. 10.1021/ie060757k
- Ramasamy, K.K., Gray, M., Job, H. *et al.* Role of Calcination Temperature on the Hydrotalcite Derived MgO–Al₂O₃ in Converting Ethanol to Butanol. *Top Catal* **59**, 46–54 (2016). <https://doi.org/10.1007/s11244-015-0504-8>
- Reichle, W. T. (1986). Synthesis of anionic clay minerals (mixed metal hydroxides, hydrotalcite). *Solid State Ionics*, 22(1), 135–141. 10.1016/0167-2738(86)90067-6
- Suescum Morales, D., Cantador Fernández, D., Ramón Jiménez, J., & María Fernández, J. (2021). Potential CO₂ capture in one-coat limestone mortar modified with Mg₃Al–CO₃ calcined hydrotalcites using ultrafast testing technique. *Chemical Engineering Journal*, 415, 129077. 10.1016/j.cej.2021.129077
- Suescum Morales, D., Jiménez, J. R., & Fernández-Rodríguez, J. M. (2022). Review of the Application of Hydrotalcite as CO₂ Sinks for Climate Change Mitigation. *ChemEngineering*, 6(4), 50. 10.3390/chemengineering6040050

- Thomas, G. S., Rajamathi, M., & Kamath, P. V. (2004). DIFFaX Simulations of Polytypism and Disorder in Hydrotalcite. *Clays and Clay Minerals*, 52(6), 693–699. doi:10.1346/CCMN.2004.0520603
- U.S. Environmental Protection Agency. Greenhouse Gas Emissions. <https://www.epa.gov/ghgemissions/overview-greenhouse-gases>
- US EPA, O. (2015, -12-29). Sources of Greenhouse Gas Emissions. Retrieved Feb 5, 2025, from <https://www.epa.gov/ghgemissions/sources-greenhouse-gas-emissions>
- UNFCCC. (2021). Impact Of Inventory Recalculations Conducted By Annex I Parties In 2020 [Greenhouse Gas Emissions](Page no.005 Table no.001);2021 IIS 3450-D9 In: National Greenhouse Gas Inventory Data for the Period 1990–2019. Report by the Secretariat
- van Selow, E. R., Cobden, P. D., Wright, A. D., van den Brink, R. W., & Jansen, D. (2011). Improved sorbent for the sorption-enhanced water-gas shift process. *Energy Procedia*, 4, 1090–1095. 10.1016/j.egypro.2011.01.159
- Veerabhadrapa, M. G., Maroto-Valer, M., Chen, Y., & Garcia, S. (2021). Layered Double Hydroxides-Based Mixed Metal Oxides: Development of Novel Structured Sorbents for CO₂ Capture Applications. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 13(10), 11805–11813. 10.1021/acsami.0c20457
- Wang, J., Huang, L., Yang, R., Zhang, Z., Wu, J., Gao, Y., Wang, Q., O'Hare, D., & Zhong, Z. (2014). Recent advances in solid sorbents for CO₂ capture and new development trends. *Energy & Environmental Science*, 7(11), 3478–3518. 10.1039/C4EE01647E
- Wiyantoko, B., Kurniawati, P., Purbaningtias, T. E., & Fatimah, I. (2015). Synthesis and Characterization of Hydrotalcite at Different Mg/Al Molar Ratios. *Procedia Chemistry*, 17, 21–26. 10.1016/j.proche.2015.12.115
- Wojdyr, M. (2010). Fityk: a general-purpose peak fitting program. *Journal of Applied Crystallography*, 43(5-1), 1126–1128. 10.1107/S0021889810030499
- Xu, W., Mertens, M., Kenis, T., Derveaux, E., Adriaenssens, P., & Meynen, V. (2023). Can high temperature calcined Mg–Al layered double hydroxides (LDHs) fully rehydrate at room temperature in vapor or liquid condition? *Materials Chemistry and Physics*, 295, 127113. 10.1016/j.matchemphys.2022.127113

Apéndices

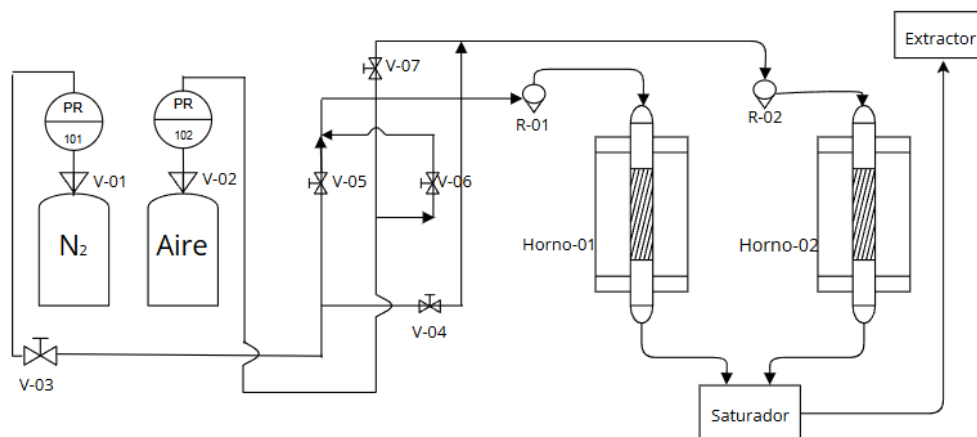
Apéndice A. Adecuación del sistema de calcinación.

Para poder calcinar las muestras fue necesario adecuar un sistema de calcinación, con tres objetivos principales: (i) adaptar las líneas de gases (N₂ y aire) para permitir el funcionamiento simultáneo de dos hornos, (ii) aumentar la capacidad de procesamiento del sistema y (iii) calibrar el equipo para garantizar condiciones de operación confiables. Con este propósito se diseñó el diagrama de flujo mostrado en la **Figura A1**.

La implementación de las modificaciones requirió la selección de válvulas, tuberías, conexiones tipo “T”, férulas y contra férulas. Una vez recolectadas, todas las piezas se limpiaron con agua y jabón, seguidas de un baño ultrasónico durante 15 min a 30 °C. El correcto funcionamiento de las válvulas de bola se verificó antes y después del proceso de limpieza utilizando una corriente de aire comprimido a ~275.7 kPa.

Figura A1

Diagrama de flujo del sistema de calcinación adecuado para el funcionamiento de los hornos de flujo, usando N₂ y/o aire como gases de arrastre.



Nota. PR: Regulador de presión. R-00: Rotámetro. V-00: Válvulas.

Posteriormente, se reemplazaron los reactores tubulares de acero inoxidable 316 (1/2" diámetro externo) por reactores de borosilicato con 1.64 cm de diámetro interno, este cambio implicó la adecuación de soportes y pinzas para la sujeción del reactor. El aumento de la masa procesada se logró incrementando el volumen del lecho, definido según la zona isotérmica del horno y el volumen que esta región ocupa dentro del reactor.

La zona isotérmica se determinó empleando tres termopares: uno para el control de la temperatura del horno, otro para monitorear el termopozo del reactor y un tercero, también ubicado en el termopozo, para respaldar la lectura. Con el reactor cargado con arena de cuarzo y completamente introducido en el horno, el controlador de temperatura (marca y modelo) se programó a 400 °C y, tras 15 min de estabilización, se registraron las temperaturas de los tres termopares. Posteriormente, el reactor se desplazó verticalmente en incrementos de ~1 cm, marcando cada nueva posición y repitiendo la medición hasta identificar el rango en el que la temperatura permaneció constante. Los resultados se presentan en la **Figura A2 del Apéndice A**.

Una vez definida la zona isotérmica y aumentada la capacidad másica para la calcinación, se procedió a calibrar los rotámetros para garantizar la precisión del flujo del gas de arrastre. Estos fueron desmontados y limpiados con alcohol isopropílico, y luego se verificó el flujo real mediante un medidor de burbuja colocado a la salida del reactor, comparando los valores con las lecturas del rotámetro. El procedimiento se repitió cinco veces para siete flujos diferentes, con ambos gases, en el rango de 25 a 130 mL/min. Las curvas de calibración y la regresión lineal aplicada a los datos se presentan en la **Figura A3**, mientras que las evidencias fotográficas de la puesta a punto del sistema se incluyen en la **Figura A4 del Apéndice A**.

Figura A2.

Zonas isotérmicas en términos profundidad del termopozo a la boca del reactor a) Horno 1, b) Horno 2.

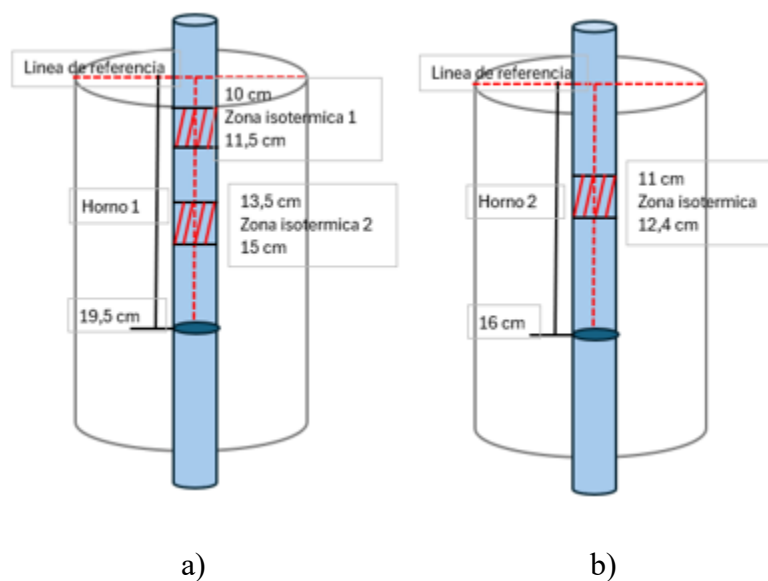
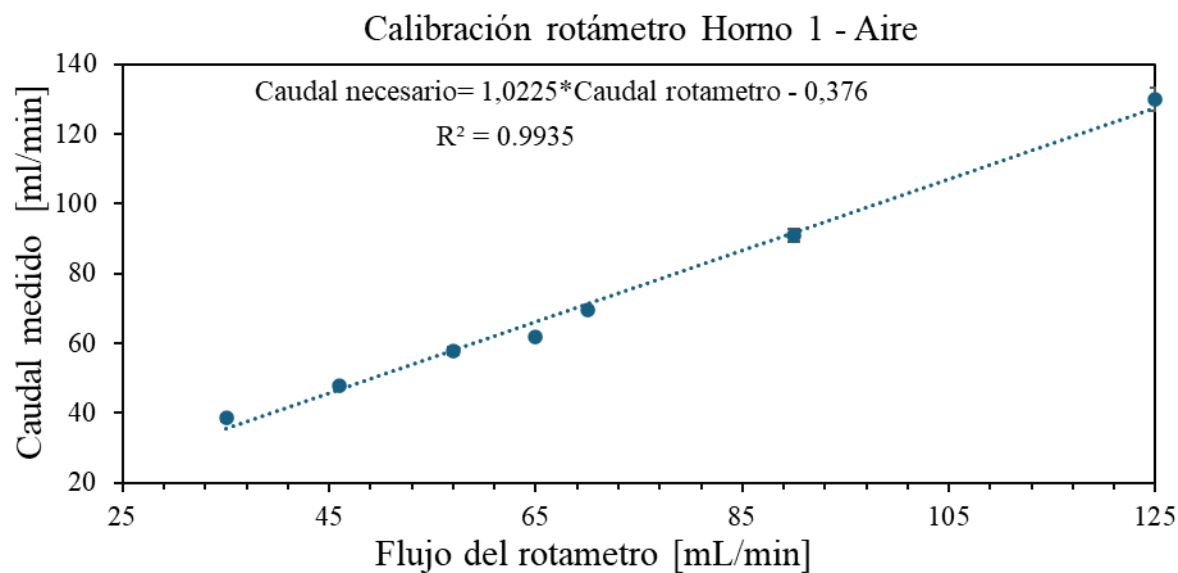
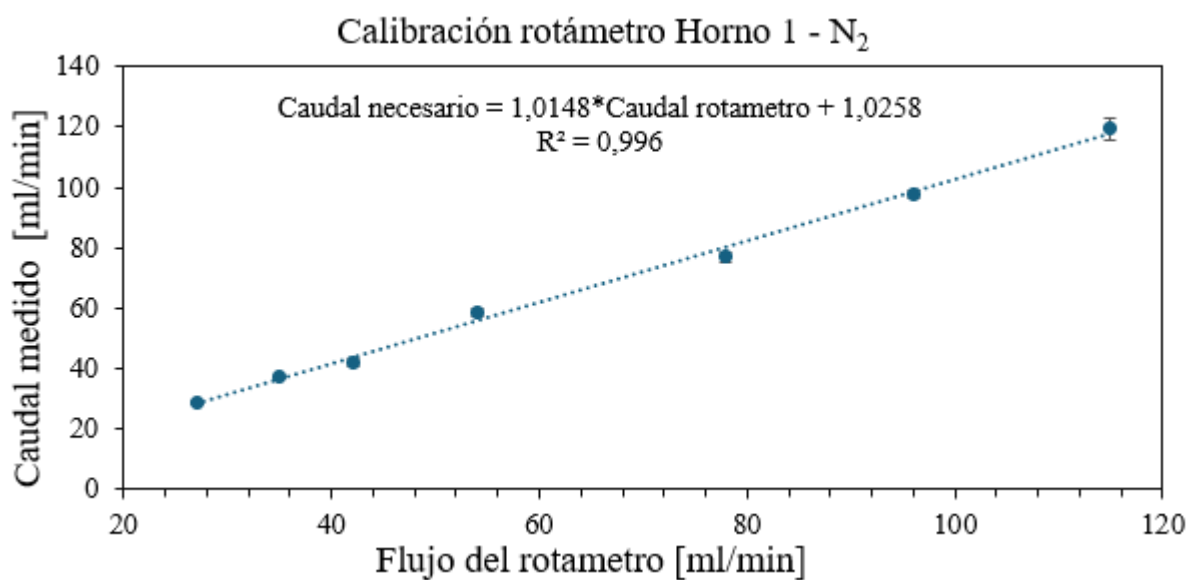


Figura A3.

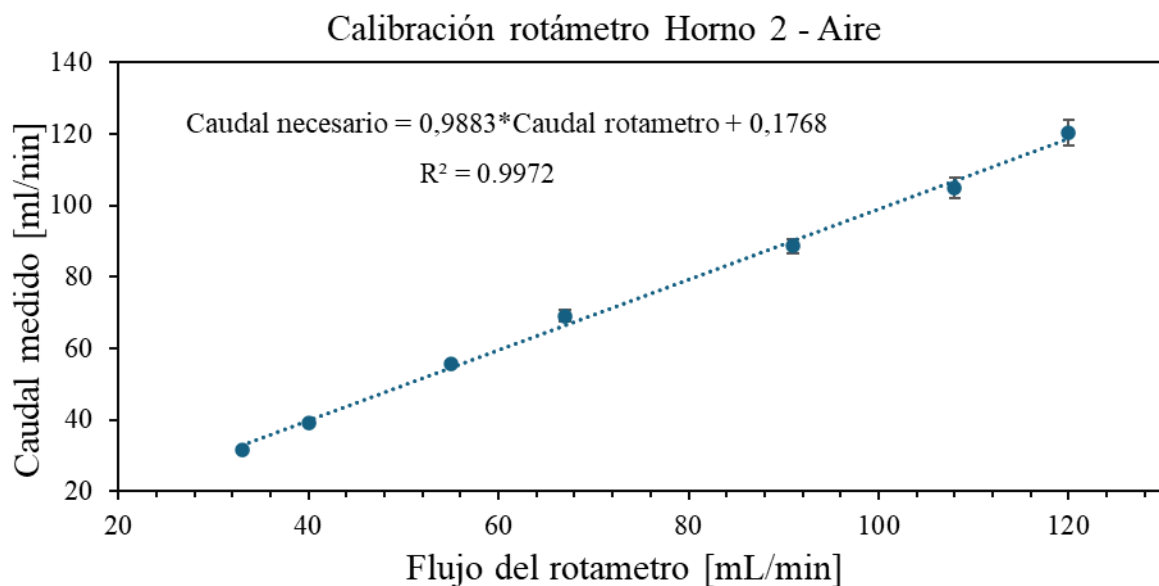
Curvas de calibración de los rotámetros.



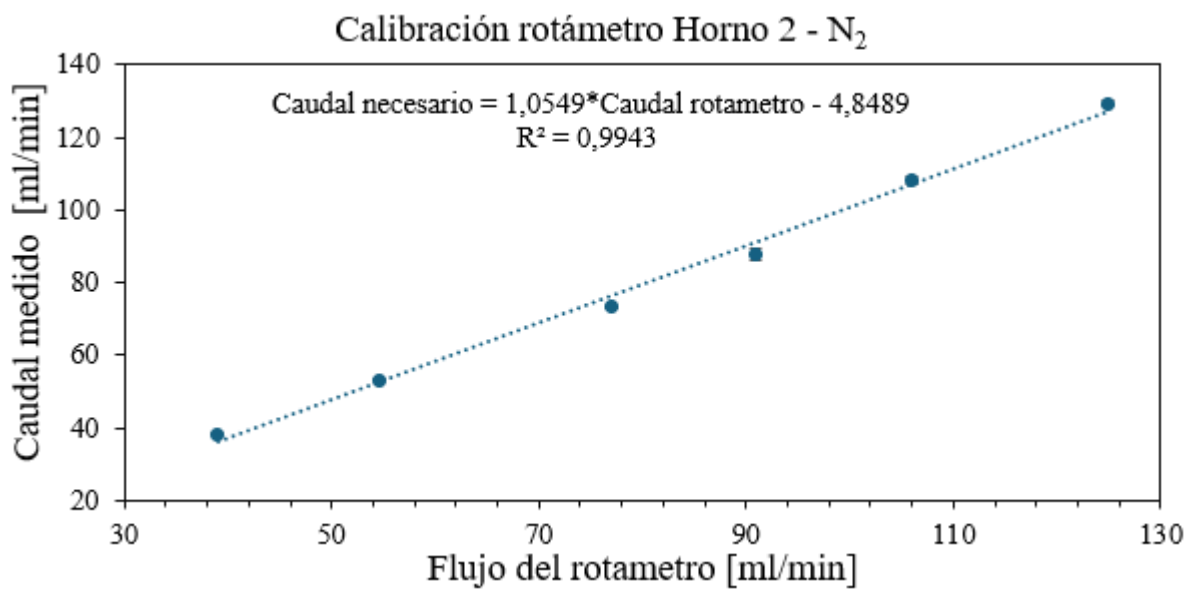
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura A4.

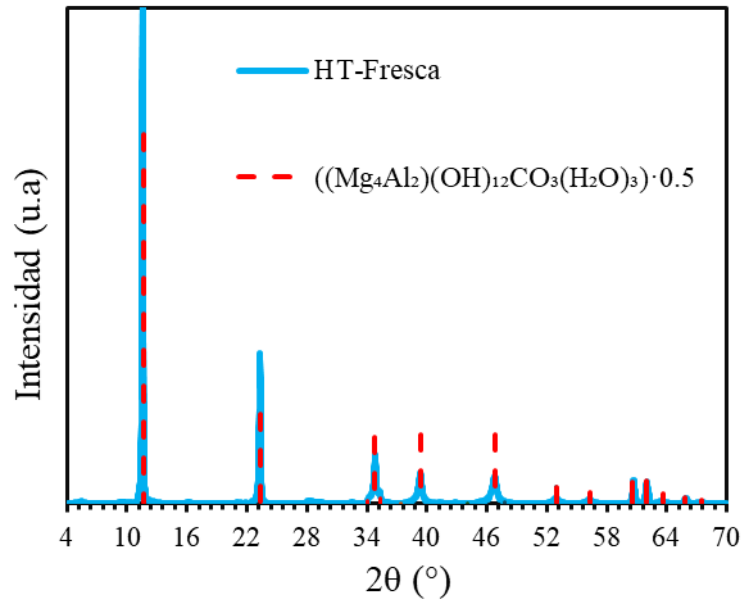
Puesta a punto del sistema de calcinación (a) adecuación de soportes, (b) revisión de controladores, (c) limpieza de rotámetros.

**(a)****(b)****(c)****Apéndice B. Patrón de difracción de la muestra.**

En la **Figura B1** observamos la comparación entre los patrones de difracción de rayos X de nuestra muestra de hidrotalcita Mg-Al fresca junto con un patrón proporcionado por el software DIFFRAC.EVA patrón el cual es de una hidrotalcita Mg-Al comercial de iguales características a la usada en este estudio.

Figura B1.

Espectro de difracción de la muestra fresca de hidrotalcita Mg-Al, comparado con los picos teóricos (marcados en líneas punteadas) correspondientes a la estructura estándar del PDF 89-0460, proporcionada por el software DIFFRAC.EVA.

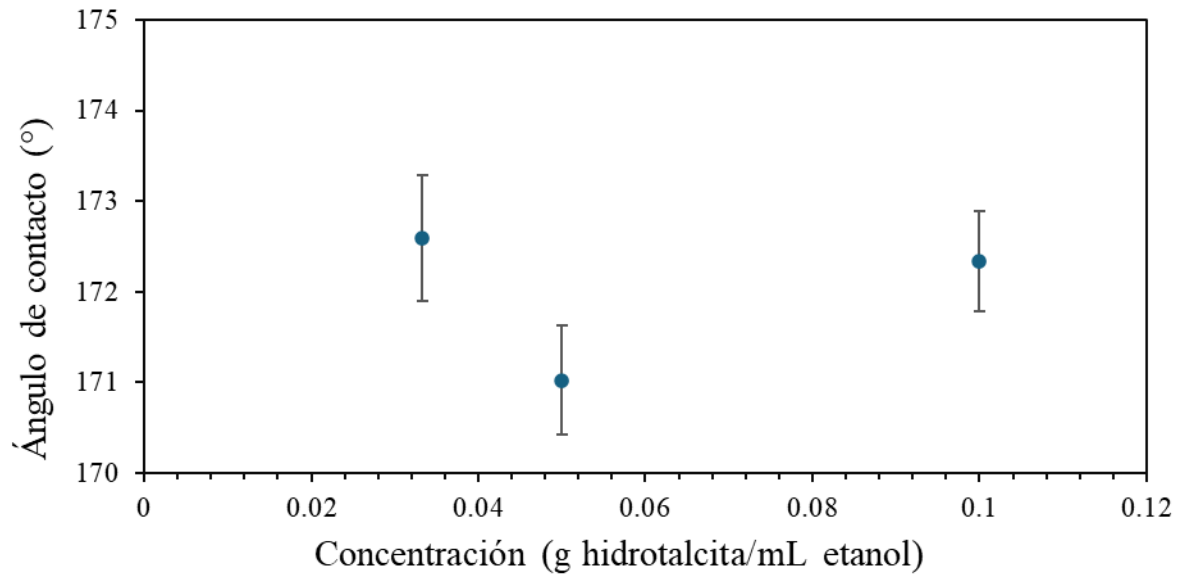


Se identificaron los picos cristalinos correspondientes a la estructura original, denominada hidrotalcita fresca. Los picos observados coinciden con los reportados por Bouzar *et al.* (2023), quien los asocia a una estructura tipo brucita con láminas bien definidas. Dichos picos se localizan en 11.629°, 23.381°, 34.792°, 39.346°, 46.813°, 60.590° y 61.931°, coincidiendo perfectamente con el patrón de referencia marcado con líneas rojas, como se muestra en la **Figura B1**. Estos resultados indican que la muestra analizada es consistente con la reportada en la literatura y no presenta evidencias de impurezas.

Apéndice C. Análisis ANOVA

Figura C1.

Gráfica de la comparación de la variación entre el cambio del ángulo de contacto vs la concentración de la dispersión de hidrotalcita y etanol.

**Tabla C1.**

Resultados de los análisis ANOVA realizado a la relación entre el cambio del ángulo de contacto vs la concentración de la dispersión de hidrotalcita-etanol.

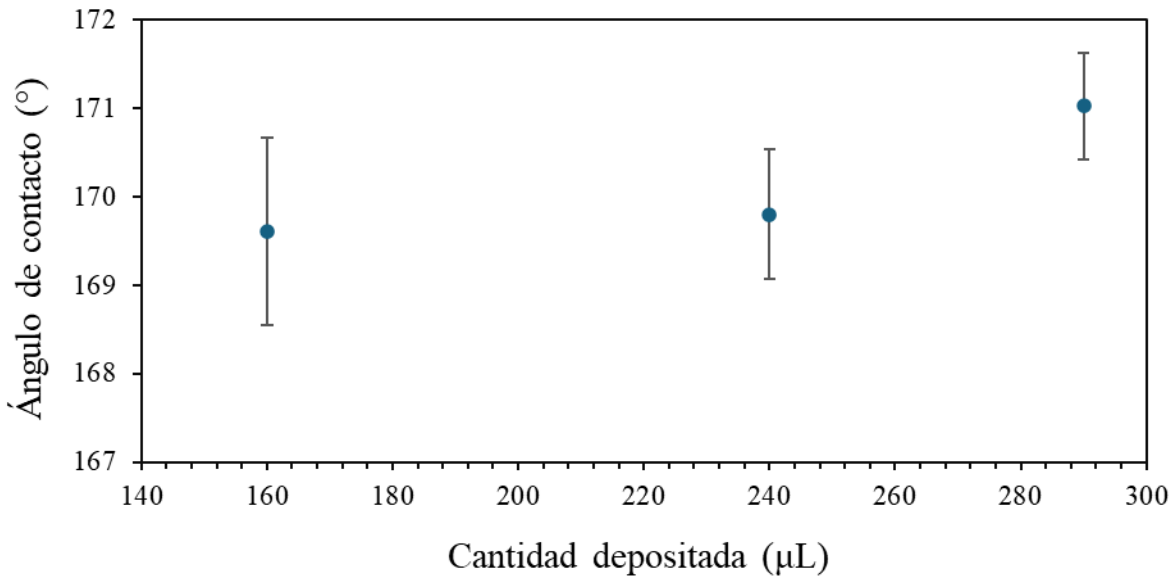
Criterio	Valor	Condición
Valor P	0.00	Valor $P < \alpha$
α	0.05	
F	8.90	F > F crítico
F crítico	3.89	

Nota. El valor de P no es cero, debido a los dos decimales tomados se ve de esa forma, pero su verdadero valor es 0.0042.

Bajo la hipótesis de que las medidas poblacionales no son iguales siempre y cuando se cumplan las condiciones de valor $p > \alpha$ y $F > F$ crítico, y considerando que si dichas condiciones no se cumplen se asumiría lo contrario, se concluye que, en este caso, tanto según el criterio del valor p como el del valor crítico, la concentración sí tiene influencia en la medición. Por lo tanto, la concentración seleccionada es de 0.1 g de hidrotalcita por mL de etanol.

Figura C2.

Gráfica de la comparación de la variación entre el cambio del ángulo de contacto vs la cantidad depositada en el portaobjetos de dilución de hidrotalcita-etanol

**Tabla C2.**

Resultados de los análisis ANOVA realizado a la relación entre la cantidad depositada en el portaobjetos de dilución de hidrotalcita-etanol y el cambio del ángulo de contacto

Criterio	Valor	Condición
Valor P	0.04	Valor $P < \alpha$
α	0.05	
F	4.37	$F > F$ critico
F critico	3.89	

Bajo la hipótesis de que las medidas poblacionales no son iguales siempre y cuando se cumplan las condiciones de valor $p > \alpha$ y $F > F$ crítico, y considerando que si dichas condiciones no se cumplen se asumiría lo contrario, se concluye que, en este caso, tanto en el criterio de valor p como

en el de valor crítico, se afirma que la cantidad depositada sí tiene influencia en la medición. Por lo tanto, la cantidad depositada escogida es la de 290 μL .

Apéndice D. Acondicionamiento del saturador.

Para realizar las pruebas de adsorción en presencia de agua se realizó la limpieza y cambio de fluido del saturador, mediante el orificio de vaciado se retiró el isopropanol que contenía el saturador CATLAB (Hiden). Posteriormente se desmontó el saturador para limpiar y secar las esferas de borosilicato. Con el saturador programado a una temperatura de 40 °C, se saturó la línea de Ar de 6 mL/min 0.48 mL H₂O/min con agua tipo I con una conductividad eléctrica de 0.055 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (*stakpure*).

Apéndice E. Análisis del error de muestras.

Teniendo en claro los resultados del **Apéndice C**, se realizó un análisis adicional para calcular el error estándar de los datos obtenidos del ángulo de contacto de las muestras de hidrotalcita, se utilizaron los valores reportados en la **Tabla E1**.

Tabla E1.

Datos de ángulo de contacto registrados mediante análisis de gota sésil a muestras de hidrotalcita calcinada a diferentes temperaturas.

Temperatura de calcinación [°C]	25	220	310	340	370
Ángulo [°]	172.5	171.0	172.6	173.2	171.9
	172.0	171.8	171.2	171.5	171.6
	173.2	172.2	171.3	171.0	171.6
	171.7	172.6	171.4	171.0	172.8
	172.3	171.8	170.9	173.5	171.7
Promedio	172.3	171.9	171.5	172.0	172.0

Ahora con los datos correspondientes procedimos por medio de la **ecuación G.1** a determinar el error estándar a cada serie de datos correspondiente a los ángulos de contacto observados en el material sometido a diferentes temperaturas de calcinación incluyendo la muestra de hidrotalcita sin ninguna modificación.

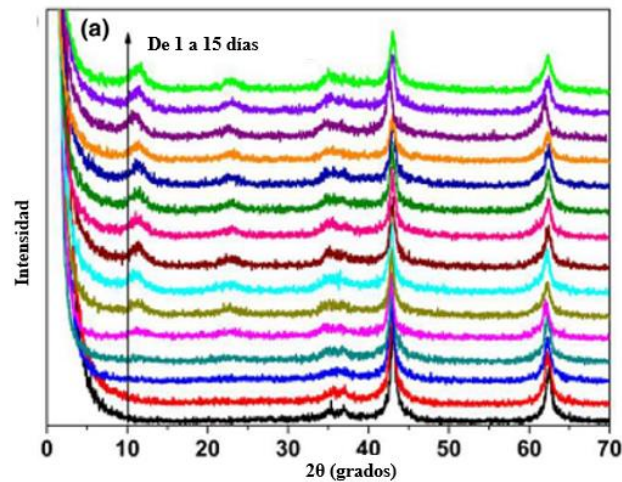
$$ES = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad \text{Ec. G. 1}$$

Nota. El término ES corresponde al error estándar, s a la desviación estándar muestral y n al tamaño de la muestra.

Apéndice F. Grafica de muestra expuesta al ambiente.

Figura F1.

Evolución diaria de los patrones de difracción de rayos X *de una muestra expuesta a la atmosfera durante 15 días.*



Nota. Tomado de (Qin *et al.*, 2017).