

**SÍNTESIS DE ZEOLITAS A PARTIR DE CENIZAS DE CARBON
PROVENIENTES DE LA COMBUSTIÓN DE LA TERMOELÉCTRICA DE
ZIPAQUIRA**

**PAOLA ANDREA BENAVIDES HERNÁNDEZ
EFREN MENDOZA ESTEBAN**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2007

**SÍNTESIS DE ZEOLITAS A PARTIR DE CENIZAS DE CARBON
PROVENIENTES DE LA COMBUSTIÓN DE LA TERMOELÉCTRICA DE
ZIPAQUIRA**

**PAOLA ANDREA BENAVIDES HERNÁNDEZ
EFREN MENDOZA ESTEBAN**

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar al título de
Ingeniero Químico**

**Director
ÁLVARO RAMÍREZ GARCÍA
Ingeniero Químico PhD**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2007

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCION	13
1. DESARROLLO DE LA METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	16
1.1 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	16
1.2 REACTIVOS Y EQUIPOS	17
1.2.1 Reactivos de la síntesis.	17
1.2.2 Reactivos de análisis.	17
1.2.3 Equipo	17
1.3 DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGIA EXPERIMENTAL	18
1.3.1 Caracterización Física.	18
1.3.2 Caracterización Química.	19
1.3.3 Caracterización mineralógica.	20
1.4 TRATAMIENTOS PREVIOS A LA SÍNTESIS DE ZEOLITAS	21
1.4.1 Tratamientos de Lixiviación.	21
1.5 SÍNTESIS DE ZEOLITAS	26
1.5.1 Síntesis a escala de laboratorio.	28
2. ANALISIS DE RESULTADOS	30
2.1 HUMEDAD DE LAS CENIZAS	30
2.2 PÉRDIDAS POR INCINERACIÓN	31
2.3 DETERMINACIÓN DEL VOLUMEN DE GRANOS	31

2.4 DETERMINACIÓN DEL ÁREA SUPERFICIAL	32
2.5 DENSIDAD REAL DE LA CENIZA	33
2.6 DENSIDAD APARENTE DE LA CENIZA	34
2.7 DETERMINACIÓN DE LA POROSIDAD DE LA CENIZA	35
2.8 ANÁLISIS MINEROLÓGICO	35
2.9 TRATAMIENTOS DE LIXIVIACIÓN	36
2.9.1. Tratamiento de Lixiviación en un sistema cerrado a temperatura ambiente.	36
2.9.2 Tratamiento de Lixiviación en un sistema abierto.	38
2.9.3 Tratamiento de Lixiviación en un sistema cerrado a 95°C.	39
2.9.4 Extracción magnética.	39
3. SÍNTESIS DE ZEOLITAS	40
3.1 SÍNTESIS CONVENCIONAL A ESCALA DE GRAMOS	40
3.2 INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES	47
3.2.1 Caracterización física.	47
3.2.2 Caracterización química y mineralógica.	47
3.2.3 Tratamientos de lixiviación.	47
3.2.4 Síntesis de zeolitas.	48
CONCLUSIONES	49
BIBLIOGRAFÍA	50
ANEXOS	52

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Valores de las variables de operación	27
Tabla 2. Condiciones de operación de la síntesis	28
Tabla 3. Contenido de humedad en las muestras	30
Tabla 4. Prueba de incineración	31
Tabla 5. Cenizas molidas (B3YU)	40
Tabla 6. Lixiviado caliente 95°C (B3YX)	41
Tabla 7. ZEO 0.5M 48h 150°C KOH (B3YS)	41
Tabla 8. ZEO 1M 48h 200°C NaOH (B3YT)	42
Tabla 9. ZEO 3M 24h 150°C NaOH (B3YW)	42
Tabla 10. ZEO 5M 24h 200°C KOH (B3YR)	43

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Destilación Agua desionizada	22
Figura 2. Tratamiento de lixiviación cerrada a temperatura ambiente	23
Figura 3. Tratamiento de lixiviación abierta	24
Figura 4. Tratamiento de lixiviación cerrada a 95°C	25
Figura 5. Separador magnético de óxidos de hierro.	26
Figura 6. Reactores de acero inoxidable	28

LISTA DE GRAFICAS

	pág.
Gráfica 1. Relación Volumen vs. Diámetro.	32
Gráfica 2. Área de contacto vs. Diámetro de partícula	33
Gráfica 3. Composición de la ceniza.	36
Gráfica 4. pH vs. Tiempo.	37
Gráfica 5. Conductividad vs. Tiempo	37
Gráfica 6. pH vs. Volumen	38
Gráfica 7. Conductividad vs. Volumen	38
Gráfica 8. Cenizas molidas	44
Gráfica 9. Lixiviado caliente	44
Gráfica 10. Zeolita 0.5M 48h 150°C KOH	45
Gráfica 11. Zeolita 1M 48h 200°C NaOH	45
Gráfica 12. Zeolita 3M 24h 150°C NaOH	46
Gráfica 13. Zeolita 5M 24h 200°C KOH	46

LISTA DE ANEXOS

	pág.
ANEXO A. GRAFICAS DE HUMEDAD DE LAS MUESTRAS	53
ANEXO B. GRAFICAS DE PÈRDIDAS POR INCINERACIÓN DE LAS MUESTRAS	56
ANEXO C. TABLAS DE DATOS DEL TRATAMIENTO DE LIXIVIACION EN EL SISTEMA ABIERTO	59
ANEXO D. TABLAS DE DATOS DEL TRATAMIENTO DE LIXIVIACION EN EL SISTEMA CERRADO A TEMPERATURA AMBIENTE	62
ANEXO E. RESULTADOS DE LOS ELEMENTOS MAYORITARIOS DE LA CENIZA POR FLUORESCENCIA DE RAYOS-X (FRX)	63
ANEXO F. NORMA D2320-87: DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD REAL Y APARENTE DE LA CENIZA	64
ANEXO G. GRAFICAS DE DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO DE GRANO	66
ANEXO H. RESULTADOS DE LAS ZEOLITAS OBTENIDAS POR EL ANÁLISIS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS-X (DRX)	71

RESUMEN

TITULO: SÍNTESIS DE ZEOLITAS A PARTIR DE CENIZAS DE CARBÓN PROVENIENTES DE LA COMBUSTIÓN DE LA TERMOELÉCTRICA DE ZIPAQUIRA*

AUTORES: PAOLA ANDREA BENAVIDES HERNÁNDEZ
ÉFREN MENDOZA ESTEBAN**

PALABRAS CLAVES: Cenizas, soluciones activantes, caracterización, síntesis.

DESCRIPCIÓN:

El presente trabajo se centró en la síntesis de zeolitas a partir de cenizas de la combustión del carbón, usando como materia prima una mezcla de ceniza volante con escoria. Para tal fin se realizó una caracterización física, química y mineralógica de la ceniza, para conocer la influencia de estas propiedades en el proceso de la síntesis. Además, se desarrollaron tratamientos de lixiviación y un proceso de extracción magnética de óxidos de hierro para eliminar las impurezas presentes en la ceniza; sin embargo en este estudio la síntesis de zeolitas se ha realizado a partir de la ceniza original sin tratamiento previo.

La síntesis de zeolitas se realizó mediante el método convencional de ensayos de laboratorio a escala de gramos, que permitieron conocer 9 tipos de zeolitas. Estos experimentos se realizaron en reactores cerrados de acero inoxidable utilizando diferentes agentes de activación (NaOH y KOH) y variando los parámetros de síntesis: concentración de activante, relaciones de solución activante/ceniza, temperatura de activación y tiempo de activación.

Finalmente se realizó una caracterización de las zeolitas obtenidas por Difracción de Rayos-X (DRX), donde las condiciones más adecuadas para la síntesis fueron:

Relación solución activante/ceniza: 18 ml/gr.

Soluciones activantes: NaOH y KOH

Concentraciones de las soluciones activantes: 5M, 3M, 1M y 0.5M

Temperaturas de activación: 150°C y 200°C

Tiempo de activación: 24 y 48 horas.

Los trabajos realizados permitieron demostrar que se pueden obtener varios tipos de zeolitas partiendo de la misma clase de ceniza de las centrales térmicas de carbón.

* Proyecto de grado

** facultad de ingenierías fisicoquímicas, Escuela de ingeniería química. Director Ph.D. Álvaro Ramírez García

ABSTRACT

TITLE: SYNTHESIS OF ZEOLITES FROM COAL ASHES ORIGINATING OF THE COMBUSTION OF THE TERMAL POWER PLANT OF ZIPAQUIRA*

AUTHORS: PAOLA ANDREA BENAVIDES HERNÁNDEZ
ÉFREN MENDOZA ESTEBAN**

KEY WORDS: Ashes, activations solutions, characterization, synthesis.

DESCRIPTION:

The present work was centered in the synthesis of zeolites from ashes of the combustion of the coal, using as raw material a flying ash mixture with dreg. For this, was made a physical characterization, chemical and mineralogical of the ash, to know the influence these properties in the process of the synthesis. In addition, they were developed to leaching treatments and a process of iron magnetic oxide extraction to eliminate the present impurities in the ash; nevertheless, in this study the synthesis of zeolites has been made from the original ash without previous treatment.

The synthesis of zeolites I am made by means of the conventional method of tests from laboratory on scale of grams that allowed knowing 9 types zeolites. These experiments were made in closed stainless steel reactors using different agents from activation (NaOH and KOH) and varying the synthesis parameters: concentration of activations solutions, relation of activation solution/ash, temperature of activation and time of activation.

Finally it was made a characterization of the zeolites obtained by Rays-X Diffraction (DRX), where the suitable conditions but for the synthesis were:

Relation activation solution/ash: 18 ml/gr.

Activations solutions: NaOH and KOH

Concentrations of the activations solutions: 5M, 3M, 1M and 0.5M

Temperatures of activation: 150°C and 200°C

Time of activation: 24 and 48 hours.

The made works allowed to demonstrate that several types of zeolites starting off of the same ash class of the coal thermal power stations can be obtained

* Project of Degree

** Physicochemical Engineering Faculty. School of chemical engineering. Director: Ph.D. Álvaro Ramírez García

INTRODUCCION

Los sub-productos de combustión del carbón producido en centrales térmicas están compuestos generalmente en más de un 70% de material vítreo aluminosilicatado. Esta composición los hace potencialmente utilizables en obras de ingeniería civil o alternativamente como rellenos inertes en minería, así como adsorbentes, inmovilizadores, fuente alternativa en la extracción de Al, Fe, Si, Ge, Ga, V y Ni, y aditivos en suelos. Debido a estas propiedades, las cenizas son una excelente materia prima para la síntesis de zeolitas mediante activación hidrotermal alcalina.

Este estudio se centró en la síntesis de zeolitas a partir de cenizas de carbón mediante el método de conversión directa. Debido a que existen abundantes estudios sobre la síntesis de zeolitas a partir de ceniza mediante este método, el presente trabajo tiene como fin profundizar y optimizar las condiciones de síntesis disminuyendo el contenido de agua necesario y el tiempo de reacción, y aumentando el contenido en zeolita de los productos finales, para que el proceso pueda ser en futuro aplicado a escala industrial.

Además se verificó que las condiciones de conversión directa desarrolladas a escala de laboratorio, sirven para obtener un producto con alto contenido en zeolita para posteriores aplicaciones.

Se seleccionó la ceniza proveniente de la termoeléctrica de Zipaquira, la cual es una mezcla de ceniza volante con escoria. La selección de dicha ceniza apropiada para la zeolitización por conversión directa viene determinada por los siguientes criterios: a) alto contenido de Al_2O_3 y SiO_2 , b) alto contenido en matriz vítrea y c) una relación $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ baja. La ceniza seleccionada fue sometida a ensayos de caracterización

física, química y mineralógica con el fin de conocer la influencia de estas propiedades sobre su reactividad y para el control ambiental de los potenciales productos finales.

Los estudios de caracterización física realizados incluyen la determinación de los siguientes parámetros: contenido de humedad y pérdidas a la incineración, distribución granulométrica, densidad real y aparente y porosidad.

Además de la determinación de parámetros físicos, se realizó la caracterización química de la ceniza. La necesidad del estudio de la composición química se deriva de la influencia del contenido de elementos mayoritarios que indican el potencial de aplicabilidad de la ceniza. Complementario a la caracterización química es necesario realizar la caracterización mineralógica de la ceniza, ya que el rendimiento de síntesis de zeolitas se ve favorecida por un alto contenido en fases vítreas y/o en minerales aluminosilicatados en la ceniza.

Una vez caracterizada la ceniza es sometida a diferentes tratamientos para incrementar las concentraciones de Al y Si mediante la eliminación total o parcial de las principales impurezas y a la vez llevar un control ambiental de los principales metales solubles. Los ensayos de descontaminación consisten en tratamientos de lixiviación en sistemas cerrados (a temperatura ambiente y a 95°C) y abiertos (a temperatura ambiente) y en procesos de extracción magnética de óxidos de hierro. Estos tratamientos se podrían aplicar a determinadas cenizas en caso de que se exigiese una reducción del contenido en impurezas para su aplicación. Sin embargo en este estudio la síntesis de zeolitas se realiza a partir de la ceniza original sin tratamiento previo.

Los tratamientos de síntesis de zeolitas se realizaron mediante un método convencional que incluye ensayos de laboratorio a escala de gramos. Este experimento permitió la síntesis de 8 tipos de zeolitas.

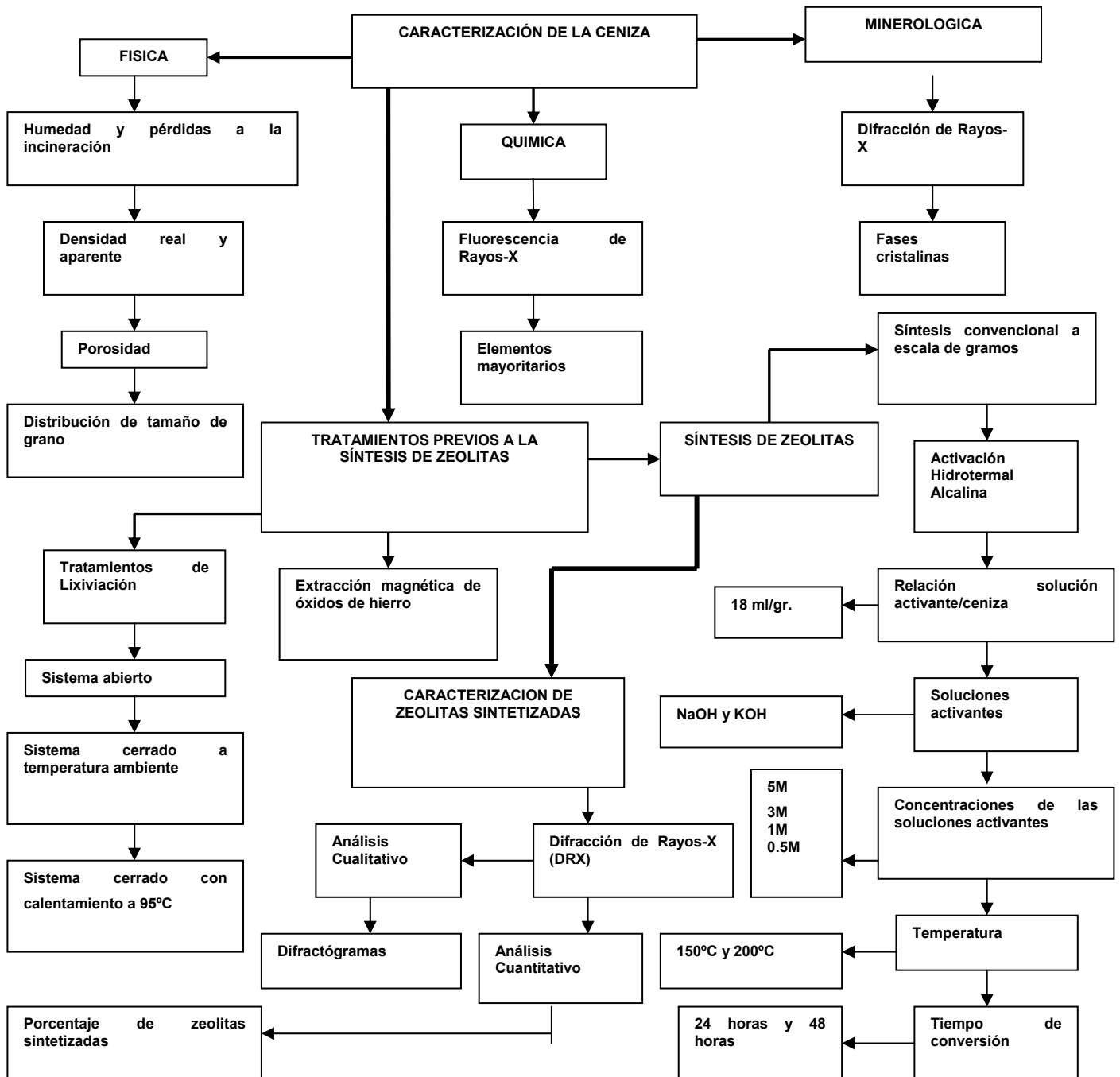
Los experimentos de síntesis se llevaron a cabo en reactores cerrados de acero inoxidable utilizando diferentes agentes de activación (NaOH y KOH) y variando los parámetros de síntesis: concentración de activante, relaciones de solución activante/ceniza, temperatura de activación y tiempo de activación.

Es así, que al utilizar una ceniza con una composición del 89% de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$, 80% de matriz vítrea y una relación $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=2.2$ se obtiene una zeolita alrededor del 60% en tan solo 24 horas. De acuerdo con los experimentos realizados se recomiendan las siguientes condiciones de trabajo: 5M KOH, 200°C, 24 h y 18 ml/gr con un rendimiento de síntesis de 25 gr de zeolita/gr ceniza.

Es así como se obtuvieron diferentes tipos de zeolitas dependiendo de las variables de operación.

1. DESARROLLO DE LA METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

1.1 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL



1.2 REACTIVOS Y EQUIPOS

1.2.1 Reactivos de la síntesis.

- Hidróxido de Sodio analítico (NaOH). Distribuido por Arquilab
- Hidróxido de Potasio analítico (KOH). Distribuido por Arquilab
- Cenizas de combustión de carbón. Distribuida por la termoeléctrica de Zipaquira, Colombia.

1.2.2 Reactivos de análisis.

- Agua desionizada y destilada
- Cenizas de combustión de carbón

1.2.3 Equipo

- Balanza analítica, marca OWER LABOR
- Balanza digital, marca METLER
- pH metro, marca WTW
- Conductímetro, marca HANNA
- Plancha de calentamiento con agitación, marca COLE-PARMER
- Bomba polistáltica, marca Buchler Instrument.
- Reactor de vidrio enchaquetado, marca MLW-LABOR
- Agitador mecánico, marca RELIANCE
- Baño Termostático, marca HAAKE
- Manta de calentamiento, marca M.L.W.
- Reactores de acero inoxidable.
- Estufa, marca LAB-CHRON
- Homo, marca THERMOLYNE
- Separador magnético, marca WEDAG.
- Difractómetro de polvo, marca RIGAKU modelo D/MAX IIIB.
- Espectrómetro de Fluorescencia de Rayos-X, marca METOREX modelo EDX-700.
- Fotosedimentador, marca LUMOSSED.

1.3 DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGIA EXPERIMENTAL

1.3.1 Caracterización Física. La caracterización física de la ceniza comprendió los análisis de humedad, pérdidas a la incineración, densidad, porosidad y análisis del tamaño de grano.

Se estudiaron estos parámetros debido a su importancia en la reactividad de la ceniza y en la síntesis de zeolitas. Los procedimientos que se emplearon para cada análisis fueron:

- **Análisis de Humedad.** Se pesaron 0.5 gr de ceniza dentro de una caja petri, la cual se llevo a una estufa marca LAB-CHRON durante un tiempo de 24 horas y a una temperatura de 105°C.

Después de este tiempo, se retiró la caja de la estufa y se pesó para calcular el contenido de humedad de la ceniza.

- **Pérdidas a la incineración.** Esta prueba se realizó con el fin de medir la presencia de inquemados o de fases minerales a altas temperaturas.

En este caso se pesaron 0.5 gr de muestra en un crisol de porcelana que se llevó a un horno marca THERMOLYNE a una temperatura de 1050°C durante 4 horas.

Al cabo de las 4 horas se retiró y se pesó el crisol para hallar el contenido de pérdidas por incineración de la ceniza por diferencia de pesos.

- **Densidad.** La densidad real (d_r) se determinó mediante la aplicación de la norma ASTM D2320-87 usando un picnómetro de 10 ml, con el fin de calcular el volumen ocupado por las cenizas.

Se tomaron 3 gr de muestra previamente secada a 105°C, se llenó un picnómetro previamente pesado con un volumen de un líquido conocido. En nuestro caso se usó Tolueno.

La densidad aparente (d_a) se calculó según la norma ASTM D2320-87, con la diferencia que en la norma se emplea agua y no tolueno como referencia.

- **Porosidad.** La porosidad se calculó a partir de los valores de densidad real (d_r) y densidad aparente (d_a), usando la siguiente ecuación:

$$\% P = 100 * (1 - d_a / d_r)$$

- **Distribución de tamaño de grano.** Este análisis se llevó a cabo en un fotosedimentador marca LUMOSSED.

La muestra utilizada para esta prueba es una suspensión de partículas que se preparó previamente con agitación ultrasónica.

Se determinaron tamaños en el intervalo de 1 a 250 μm .

1.3.2 Caracterización Química. Esta caracterización se hizo para conocer los contenidos de SiO_2 , Al_2O_3 y elementos minoritarios directamente en la muestra sólida mediante Fluorescencia de Rayos-X (FRX).

Mediante esta técnica se determinaron los elementos desde el Silicio hasta el Miobio, en la muestra sólida. Igualmente se pudo realizar el análisis cuantitativo de los elementos presentes.

Los análisis de FRX se realizaron en el Centro de Desarrollo Productivo de Joyería, mediante un Espectrómetro de Fluorescencia de Rayos-X METOREX modelo EDX-700.

1.3.3 Caracterización mineralógica. La identificación y cuantificación del contenido en fases cristalinas y amorfas en la ceniza se llevo a cabo mediante Difracción de Rayos-X (DRX). Este método se baso en una interacción entre los Rayos-X y la materia cristalina que produjo la difracción.

El análisis de las muestras se realizó en un difractor de polvo marca RIGAKU modelo D/MAX IIIB bajo las siguientes condiciones:

- Voltaje: 30 (kV)
- Corriente: 15 (mA)
- Rendijas (Slits) DS 1.0°
- RS 0.3 mm
- SS 1.0°
- Muestreo: 0.02° 2theta
- Rango de Medición: 2 –70 2theta
- Radiación: CuK α 1
- Monocromador: Grafito

Las muestras previamente fueron pulverizadas en un mortero de ágata y llevadas a un tamaño de 38 μ m (400 mesh). El espécimen seleccionado de la muestra fue montado en un portamuestra de aluminio mediante la técnica de llenado lateral.

Los análisis de DRX se dividieron en dos etapas:

a) Identificación de fases. El análisis cualitativo de las fases presentes en la muestra se realizo mediante comparación del perfil observado con los perfiles de

difracción reportados en la base de datos PDF-2 del Internacional Centre for Diffraction data (ICDD).

Las condiciones de operación en esta etapa fueron:

Tipo de barrido: a pasos

Velocidad de barrido: 2 segundos/paso

b) Cuantificación de fases. El análisis cuantitativo de las fases encontradas se realizó mediante el refinamiento por el Método de Rietveld del perfil observado habiéndole agregado a la muestra una cantidad conocida de un estándar interno (Aluminum oxide, -100 mesh, 99% Corundum, α -phase. Aldrich No. 23, 474-5) correspondiente al 20%.

Las condiciones de trabajo de esta etapa fueron:

- Tipo de barrido: a pasos
- Tiempo de muestreo: 2 segundos/paso

1.4 TRATAMIENTOS PREVIOS A LA SÍNTESIS DE ZEOLITAS

Se desarrollaron dos tipos principales de tratamientos:

1. Tratamientos de Lixiviación donde se utilizaron sistemas cerrados y abiertos.
2. Extracción magnética de óxidos de hierro.

1.4.1 Tratamientos de Lixiviación. Se realizaron tratamientos de lixiviación con el fin de predecir el comportamiento de las fases durante los procesos de extracción.

Se utilizó agua desionizada y destilada como solvente con una relación de 50 ml/gr. El uso de otro tipo de solvente podría encarecer el proceso y por consiguiente su aplicabilidad en la industria.

Figura 1. Destilación Agua desionizada



Estos tratamientos se desarrollaron en tres tipos de sistemas:

- Sistema cerrado a Temperatura ambiente (Aproximadamente $25^{\circ}\text{C} \pm 2$)
- Sistema cerrado a 95°C
- Sistema abierto

- **Tratamiento de Lixiviación en un sistema cerrado a Temperatura ambiente (Aproximadamente $25^{\circ}\text{C} \pm 2$).** Este sistema consistió en mezclar la ceniza con el agua desionizado y destilada a 25°C conservando la misma relación mencionada anteriormente (numeral 1.4.1).

La mezcla se agitó continuamente por períodos de 8 horas durante 3 días; se midió el pH y la conductividad iónica con un pHmetro marca WTW y un medidor de conductividad marca HANNA INSTRUMENTS DIST respectivamente.

Estas mediciones se hicieron durante intervalos de 1 hora hasta alcanzar la estabilidad.

Figura 2. Tratamiento de lixiviación cerrada a temperatura ambiente



- **Tratamiento de Lixiviación en un sistema abierto.** Este tratamiento consistió en hacer pasar un flujo de agua ascendente de 51.53 ml/h regulado por una bomba polistáltica, el cual atravesó una columna de ceniza preparada con 2 gr de muestra.

Este sistema se realizó durante 24 horas, en períodos de 8 horas continuas durante 3 días hasta alcanzar una relación líquido/sólido de 615 ml/gr.

Durante este tiempo, se recogieron los lixiviados en probetas y se realizaron mediciones de conductividad y pH cada 10 ml a las mismas condiciones descritas en el numeral 1.4.1.1.

Figura 3. Tratamiento de lixiviación abierta



- **Tratamiento de Lixiviación en un sistema cerrado con calentamiento a 95°C.**

Para este sistema se mezcló la ceniza con agua desionizada y destilada con una relación agua/ceniza de 50 ml/gr.

Posteriormente, se trabajó a las mismas condiciones del sistema cerrado a temperatura ambiente; sin embargo, para este sistema se usó un baño termostático de aceite mineral con el que alcanzó la temperatura de 95°C.

Las mediciones de pH y conductividad se hicieron al final de 24 horas continuas de trabajo; luego la mezcla se filtró, se lavó con agua desionizada y destilada, se secó a temperatura ambiente y se analizó por DRX bajo las mismas condiciones descritas anteriormente (numeral 1.3.3), para comparar los cambios mineralógicos sufridos por la ceniza original.

Figura 4. Tratamiento de lixiviación cerrada a 95°C



- **Extracción magnética de óxidos de hierro.** Para este tratamiento se utilizó un separador magnético marca WEDAG con el fin de separar las fracciones magnéticas de las no magnéticas.

Para esta práctica se alimentó el separador con la ceniza por medio de una tolva, pasando por vibración a un cilindro metálico que cubre el magneto permanente el cual actuó como separador de las fracciones magnéticas en un arco de 180°C, las cuales se recogieron en una bandeja.

Figura 5. Separador magnético de óxidos de hierro.



Las condiciones de operación de este equipo fueron:

- Baja humedad de la ceniza
- Muestra tamizada en malla 200 mesh
- Voltaje: 220 V

1.5 SÍNTESIS DE ZEOLITAS

Se tomó como base los contenidos de SiO_2 y Al_2O_3 de la caracterización química y la relación de dichos elementos, la cual condicionó el rendimiento del proceso de zeolitización y la obtención de los diferentes tipos de zeolitas. En la síntesis de zeolitas se utilizó la ceniza original sin ningún tratamiento previo, debido a que estos tratamientos mencionados anteriormente (numeral 1.4.1) solo se realizaron con el fin de ver como afectaban las fases presentes en la ceniza durante el proceso de síntesis a escala industrial.

La síntesis de zeolitas se realizó por activación hidrotermal de la ceniza en medio alcalino, donde se utilizó como soluciones activantes el NaOH y KOH.

Esta selección se hizo tomando como referencia los estudios realizados en la Universidad Politécnica de Catalunya.¹

Las variables de operación que se trabajaron fueron la temperatura, tiempo de activación, relación solución activante/ceniza y concentración de las soluciones activantes.

El rango de los valores de las variables de operación fueron:

Tabla 1. Valores de las variables de operación

Variables de operación	Rango de Valores
Temperatura	Mayor:200°C Menor:150°C
Tiempo de conversión	Mayor: 48 h Menor: 24 h
Tipo de solución activante	NaOH y KOH
Concentración de solución activante	0.5M 1M 3M 5M
Relación solución activante/ceniza	18 ml/gr

¹ Hechos por Juan Carlos Umaña Peña, donde reportaron que con dichas soluciones se obtuvo una mayor eficiencia en la síntesis de zeolitas.

1.5.1 Síntesis a escala de laboratorio.

- **Síntesis convencional a escala de gramos.** El experimento se realizó en un sistema cerrado donde se utilizaron reactores de acero inoxidable con capacidad de 500 y 100 ml, que fueron sometidos a calentamiento usando una estufa marca LAB-CHRON con un termómetro incluido que indicó la temperatura a la cual se encontraba la mezcla dentro de los reactores.

Figura 6. Reactores de acero inoxidable



Las condiciones de operación a las cuales se desarrollo las síntesis fueron:

Tabla 2. Condiciones de operación de la síntesis

Soluciones Activantes	Temperatura (°C)	Concentración de las soluciones activantes (M)	Tiempo de conversión (h)	
			Menor	Mayor
NaOH	150	0.5	24	48
		1	24	48
		3	24	48
		5	24	48
NaOH	200	0.5	24	48
		1	24	48
		3	24	48

		5	24	48
KOH	150	0.5	24	48
		1	24	48
		3	24	48
		5	24	48
KOH	200	0.5	24	48
		1	24	48
		3	24	48
		5	24	48

Los ensayos a 150°C se realizaron en los reactores de 500 ml en los que se usó la relación de 18 ml/gr. Se prepararon 300 ml de mezcla que contenía 16.7 gr de ceniza y 290 ml de solución activante.

Para los ensayos a 200°C se usaron los reactores de 100 ml a la misma relación mencionada en el párrafo anterior. Se prepararon 80 ml de mezcla correspondiente a 4.5 gr de ceniza y 75.5 ml de solución activante.

Después de tener los reactores cargados, se llevaron a la estufa previamente calentada y calibrada a la temperatura de trabajo.

Luego de alcanzar el tiempo de activación en cada mezcla, se filtró, se lavó con agua desionizada y destilada, se secó a temperatura ambiente y se analizaron por DRX.

Con DRX se comparó el rendimiento de la zeolita con base al tipo y cantidad de zeolita formada, donde se selecciono una reflexión de DRX para cada zeolita y se determino la intensidad normalizada de ésta (proporcional al contenido en zeolita en el producto final); observando que a mayor intensidad normalizada de cada zeolita mayor fue el rendimiento de la síntesis.

2. ANALISIS DE RESULTADOS

2.1 HUMEDAD DE LAS CENIZAS

La producción de zeolitas se vio afectada por el alto contenido de humedad, mientras que la presencia de material inquemado y las fases reactivas no influyo en la síntesis. Los datos obtenidos en las pruebas de humedad se encuentran en la tabla 2.1, el intervalo de humedad está entre el 4 y 6%. Estos valores son debido a la presencia de estructuras porosas como el carbón, los óxidos de hierro y carbonatos presentes en la muestra, que almacenan agua.

Las gráficas de los valores de humedad se encuentran en el anexo 1.

Tabla 3. Contenido de humedad en las muestras

MUESTRAS	MUESTRA (gr)	CALCULO DEL % DE HUMEDAD	CENIZA SECA (gr)	AGUA (gr)
TAMIZADO	0,5	5	0,475	0,025
CUARTEO	0,5	5,6	0,472	0,028
MAGNETICOS 1	0,5	6	0,47	0,03
MAGNETICOS 2	0,5	4	0,48	0,02
MAGNETICOS 3	0,5	6	0,47	0,03
OXIDOS	0,5	6	0,47	0,03

2.2 PÉRDIDAS POR INCINERACIÓN

Los resultados de pérdidas por incineración mostraron un porcentaje de inquemados que varió entre el 30 y el 52%.

Estos altos valores de inquemados son ocasionados por un proceso de combustión incompleta del carbón en la termoeléctrica.

La tabla 2.2. muestra los valores de inquemados y calcinados en unidades de gramos y el porcentaje de calcinados obtenidos.

Las gráficas de estos valores están en el anexo 2.

Tabla 4. Prueba de incineración

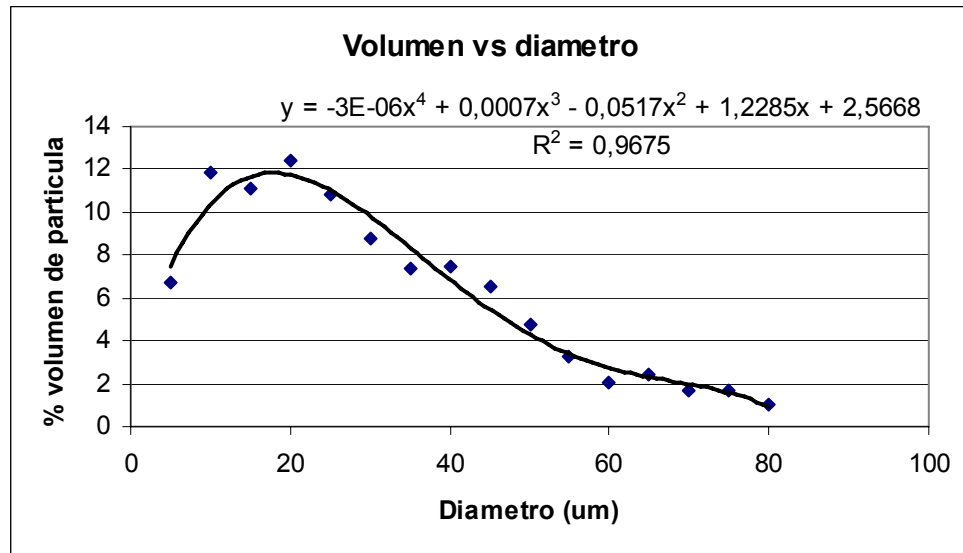
MUESTRAS	MUESTRA (gr)	INQUEMADOS (gr)	CALCINADOS (gr)	% CALCINADOS
TAMIZADO	0,5	0,26	0,24	48
CUARTEO	0,5	0,2	0,3	60
MAGNETICOS1	0,5	0,1	0,4	80
MAGNETICOS2	0,5	0,05	0,45	90
MAGNETICOS3	0,5	0,1	0,4	80
OXIDOS	0,5	0,15	0,35	70

2.3 DETERMINACIÓN DEL VOLUMEN DE GRANOS

Con los datos de la distribución del tamaño de grano que se reportaron en el anexo 3, se pudo determinar el volumen de grano de las partículas.

Se obtuvo una concentración del volumen de ceniza entre las partículas de 10 a 20 μm con un aporte discreto de las partículas entre 60 y 80 μm .

Gráfica 1. Relación Volumen vs. Diámetro.



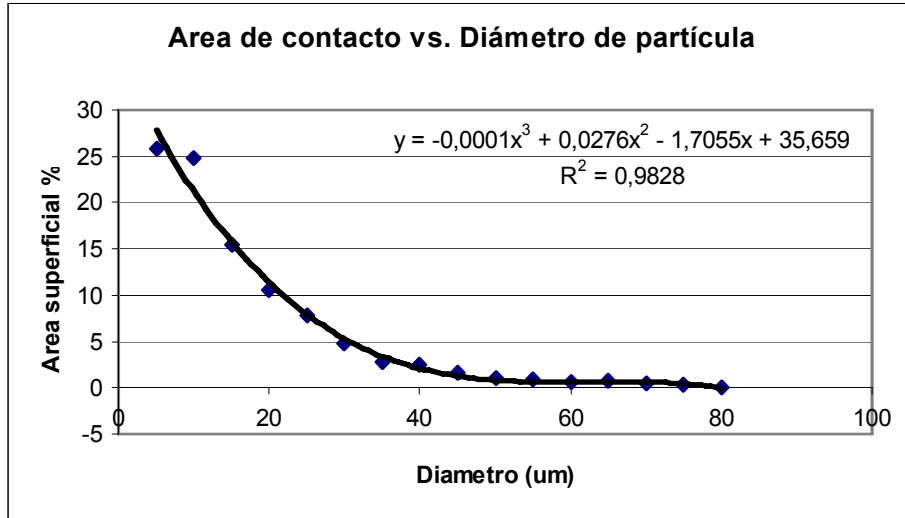
2.4 DETERMINACIÓN DEL ÁREA SUPERFICIAL

Con los datos del anexo 3 mencionados en el numeral 2.3, se determinó el área superficial de la muestra.

Las partículas tienen un tamaño de 5 a 10 μm . Una porción muy pequeña de partículas tiene tamaño por encima de 50 μm .

La grafica 2.2 muestra las proporciones de área con respecto al conglomerado, por diámetro de partícula presente.

Gráfica 2. Área de contacto vs. Diámetro de partícula



2.5 DENSIDAD REAL DE LA CENIZA

La densidad real se determinó según la norma ASTM D2320-87, usando como medio líquido Tolueno analítico.

Los resultados que se obtuvieron fueron:

- Con masa constante $m = 3 \text{ gr}$

$$\rho_1 = 1.875 \text{ gr/ml}$$

$$\rho_2 = 1.875 \text{ gr/ml}$$

$$\rho_3 = 1.87 \text{ gr/ml}$$

$$\rho_{\text{Prom}} = \sum \rho_i / n$$

$$\rho_{\text{Prom}} = 1,838235294 \text{ gr/ml}$$

- Con masa variable

$$m = 1.5\text{gr}$$

$$\rho_4 = 1.875\text{gr/ml}$$

$$m = 2.5\text{gr}$$

$$\rho_5 = 1.7857 \text{ gr/ml}$$

$$m = 3.5\text{gr}$$

$$\rho_6 = 1.75 \text{ gr/ml}$$

$$\rho_{\text{Prom}} = \Sigma \rho_i / n$$

$$\rho_{\text{Prom}} = 1,803571429\text{gr/ml}$$

Luego se calculó la densidad promedio total mediante la siguiente ecuación:

$$\rho_{\text{promedio general}} = (\rho_{\text{promedio a masa constante}} + \rho_{\text{promedio a masa variable}}) / 2$$

El resultado de la densidad promedio general fue: $\rho_{\text{Prom.}} = 1,820903361 \text{ gr/ml}$.

2.6 DENSIDAD APARENTE DE LA CENIZA

Para la densidad aparente se utilizó el mismo procedimiento usado para la determinación de la densidad real, solo que en este caso se utilizó agua en vez de Tolueno.

Se obtuvieron varios valores de densidad con el que se calculó un valor promedio de densidad aparente cuyos resultados fueron:

$$\rho_1 = 0.9259 \text{ gr/ml}$$

$$\rho_2 = 0.9259 \text{ gr/ml}$$

$$\rho_3 = 0.9433 \text{ gr/ml}$$

$$\rho_4 = 0.9433 \text{ gr/ml}$$

$$\rho_5 = 0.9259 \text{ gr/ml}$$

$$\rho_6 = 0.9259 \text{ gr/ml}$$

$$\rho_{\text{Prom}} = \Sigma \rho_i / n.$$

$$\rho_{\text{Prom}} = 0.93175 \text{ gr/ml.}$$

2.7 DETERMINACIÓN DE LA POROSIDAD DE LA CENIZA

Usando la ecuación mencionada en el inciso 4 del numeral 1.3.1 y usando los valores de densidad real y aparente, el resultado fue:

$$\% \text{ porosidad} = (100 * (1 - (0.931749358 / 1.820903361)))$$

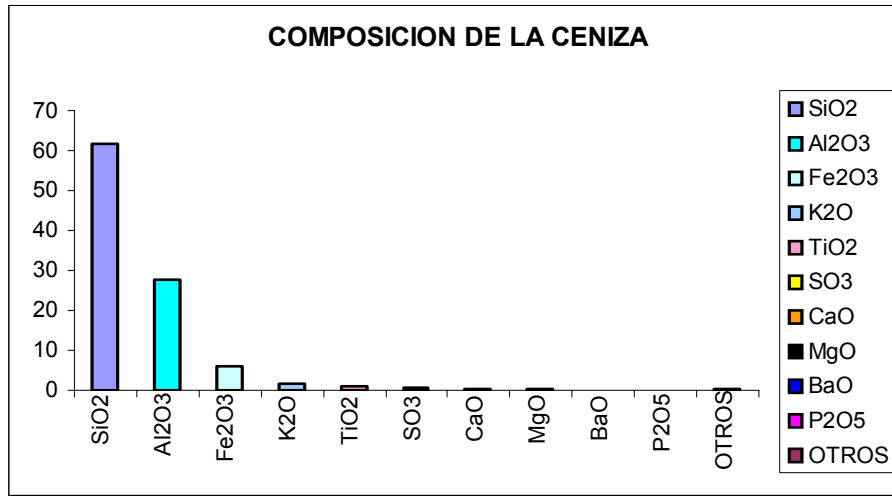
$$\% \text{ porosidad} = 48.83\%$$

2.8 ANÁLISIS MINEROLÓGICO

Los análisis mineralógicos efectuados a las cenizas, dieron como resultado la presencia de SiO_2 y Al_2O_3 en gran proporción, lo que favorece la obtención de zeolitas ya que estos dos son los principales elementos constituyentes de la zeolita.

Existen otros compuestos que conforman la ceniza pero en menor proporción como: Fe_2O_3 , K_2O , TiO_2 , SO_3 , CaO , MgO , BaO , P_2O_5 . Ver gráfica 2.3.

Gráfica 3. Composición de la ceniza.

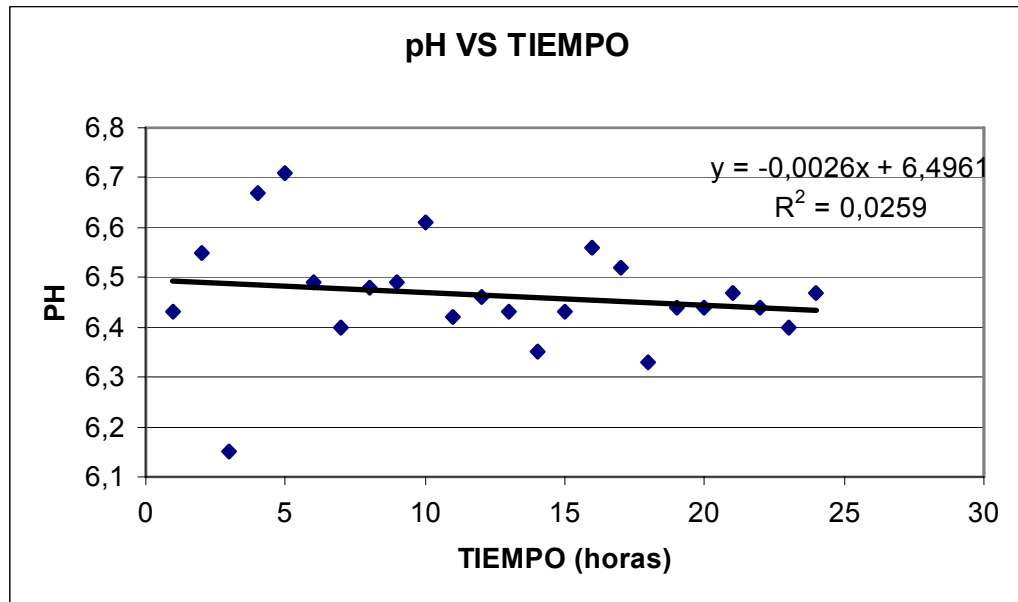


2.9 TRATAMIENTOS DE LIXIVIACIÓN

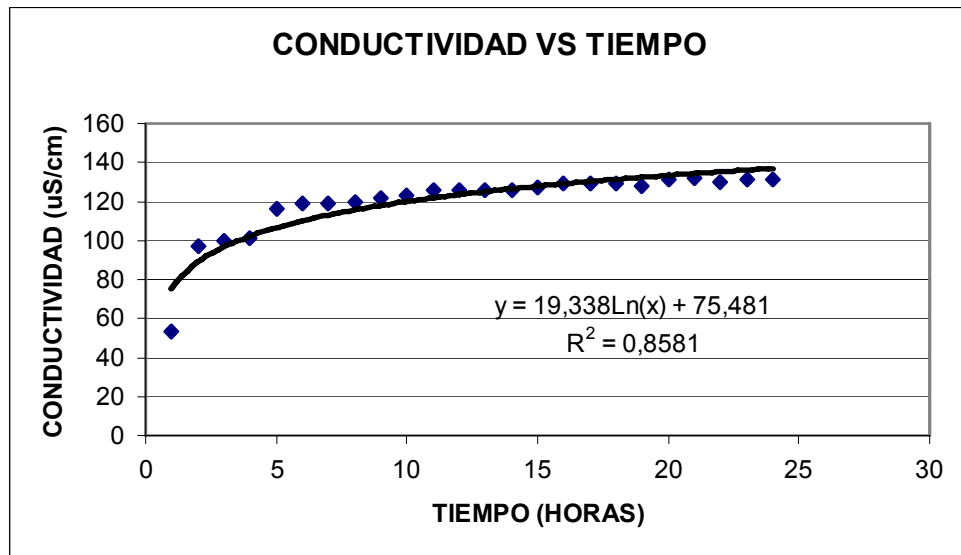
2.9.1. Tratamiento de Lixiviación en un sistema cerrado a temperatura ambiente. En este sistema se mantuvo el carácter ácido de la ceniza; pH de 6.5 +/- 0.2. Se observó un aumento de la conductividad al pasar el tiempo debido posiblemente a liberación de iones de la ceniza en agua.

En la gráfica 2.4 se observa como la acidez aumentó con el tiempo, la cual también influyó en el aumento de la conductividad (ver gráfica 2.5).

Gráfica 4. pH vs. Tiempo.



Gráfica 5. Conductividad vs. Tiempo

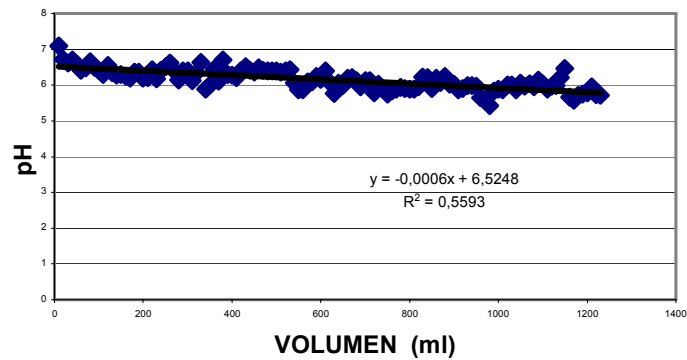


2.9.2 Tratamiento de Lixiviación en un sistema abierto. Este sistema se hizo para retirar los compuestos de la ceniza que fueron solubles en agua.

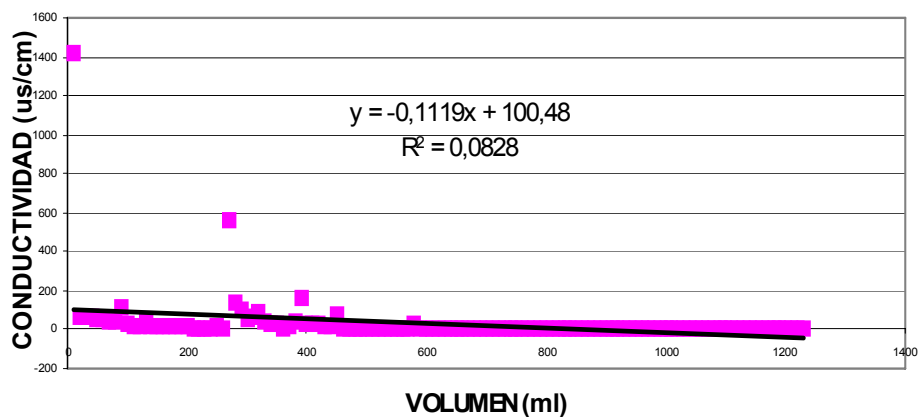
Los primeros compuestos retirados fueron los fosfatos y los carbonatos, los cuales aumentaron la acidez de la ceniza y disminuyeron la conductividad de esta.

En las gráficas se pudo ver los resultados de dicho análisis.

Gráfica 6. pH vs. Volumen



Gráfica 7. Conductividad vs. Volumen



2.9.3 Tratamiento de Lixiviación en un sistema cerrado a 95°C. Para este sistema no ocurrió una mejora en la extracción de los compuestos de la ceniza, pues los resultados fueron: pH = 6.40 y Conductividad = 104 $\mu\text{S}/\text{cm}$; los cuales son semejantes a los resultados del sistema cerrado a temperatura ambiente.

2.9.4 Extracción magnética. Los resultados obtenidos mostraron un 50% de material magnético, el cual está constituido por óxidos de hierro, aluminosilicatos y carbón pirolítico; el cual se formó en el proceso de combustión del carbón en la termoeléctrica.

3. SÍNTESIS DE ZEOLITAS

3.1 SÍNTESIS CONVENCIONAL A ESCALA DE GRAMOS

En las tablas 3.1 a 3.6 se registraron los resultados cuantitativos de la DRX para la ceniza molida, el tratamiento de lixiviación en el sistema cerrado a 95°C y las zeolitas sintetizadas a partir de la relación activante/ceniza de 18 ml/gr.

Se observó que al usar la relación activante/ceniza de 18 ml/gr se obtuvo un buen rendimiento de síntesis tanto con NaOH como con KOH.

Tabla 5. Cenizas molidas (B3YU)

FASE		No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	SiO ₂	000-89-8935	Cuarzo	11.9 % (D.E = 0.6)
	Al ₆ Si ₂ O ₁₃	000-79-1454	Mullita	14.5 % (D.E = 0.7)
	Al P O ₄	000-76-0226	Berlinita	2.5 % (D.E = 0.7)
	Fe ₂ O ₃	000-73-0603	Hematita	0.8 % (D.E = 0.1)
	Amorfos			70.3 %

Tabla 6. Lixiviado caliente 95°C (B3YX)

FASE		No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	SiO_2	000-70-3755	Cuarzo	11.5 % (D.E = 0.8)
	$\text{Al}_6 \text{Si}_2 \text{O}_{13}$	000-79-1454	Mullita	14.9 % (D.E = 0.6)
	Al P O_4	000-76-0226	Berlinita	2.9 % (D.E = 0.8)
	$\text{Fe}_2 \text{O}_3$	000-73-0603	Hematita	1.0 % (D.E = 0.1)
	Amorfos			69.7 %

Tabla 7. ZEO 0.5M 48h 150°C KOH (B3YS)

FASE		No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	$\text{K}_{10-32} (\text{Si}_{21-7} \text{Al}_{10-3} \text{O}_{64}) (\text{H}_2\text{O})_{24-32}$	010-86-1110	Zeolita W	40.9 % (D.E = 0.6)
	$\text{Fe}_3 \text{O}_4$	010-71-6766	Magnetita	N.D.
	$\text{Al}_2 \text{O}_3 \cdot 2 \text{Si O}_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$	000-02-0043	Haloisita	4.9 % (D.E = 0.3)
	Amorfos			54.2 %

Tabla 8. ZEO 1M 48h 200°C NaOH (B3YT)

FASE		No. TARJET A PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	Na (Al Si ₂ O ₆) (H ₂ O)	000-71- 0811	Analcima	65.4 % (D.E = 0.4)
	Fe ₃ O ₄	000-75- 1609	Magnetita	1.2 % (D.E = 0.1)
	Amorfos			33.4 %

Tabla 9. ZEO 3M 24h 150°C NaOH (B3YW)

FASE		No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	Na ₆ Al ₆ Si ₁₀ O ₃₂ (H ₂ O) ₁₂	010-71- 0962	Zeolita NaP1	26.8 % (D.E = 0.7)
	Fe ₂ O ₃	010-85- 0599	Hematita	1.1 % (D.E = 0.1)
	Na (Al Si ₂ O ₆) (H ₂ O)	010-89- 6416	Analcima	1.0 % (D.E = 0.1)
	Amorfos			71.1 %

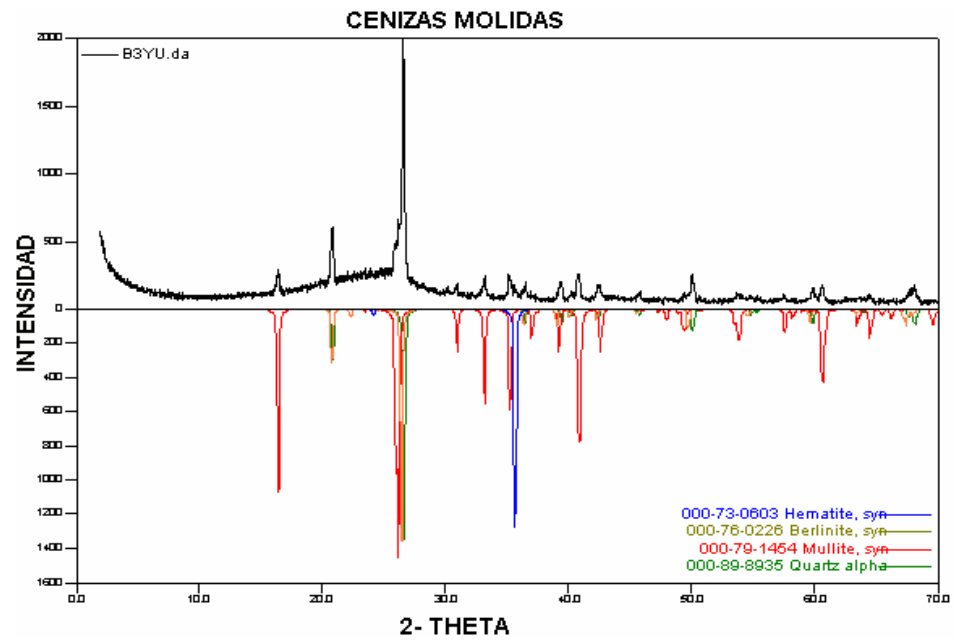
Tabla 10. ZEO 5M 24h 200°C KOH (B3YR)

FASE		No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	Fe ₃ O ₄	000-75-1609	Magnetita	N.D.
	SiO ₂	000-70-3755	Cuarzo	N.D.
	Zn O	00036-1451	Zincita	2.3 % (D.E = 0.1)
	K Al Si O ₄	000-54-1123	Magakalsilita	64.7 % (D.E = 0.4)
	Fe O OH	000-76-2301	Lepidocrocita	N.D.
	Amorfos			33.0 %

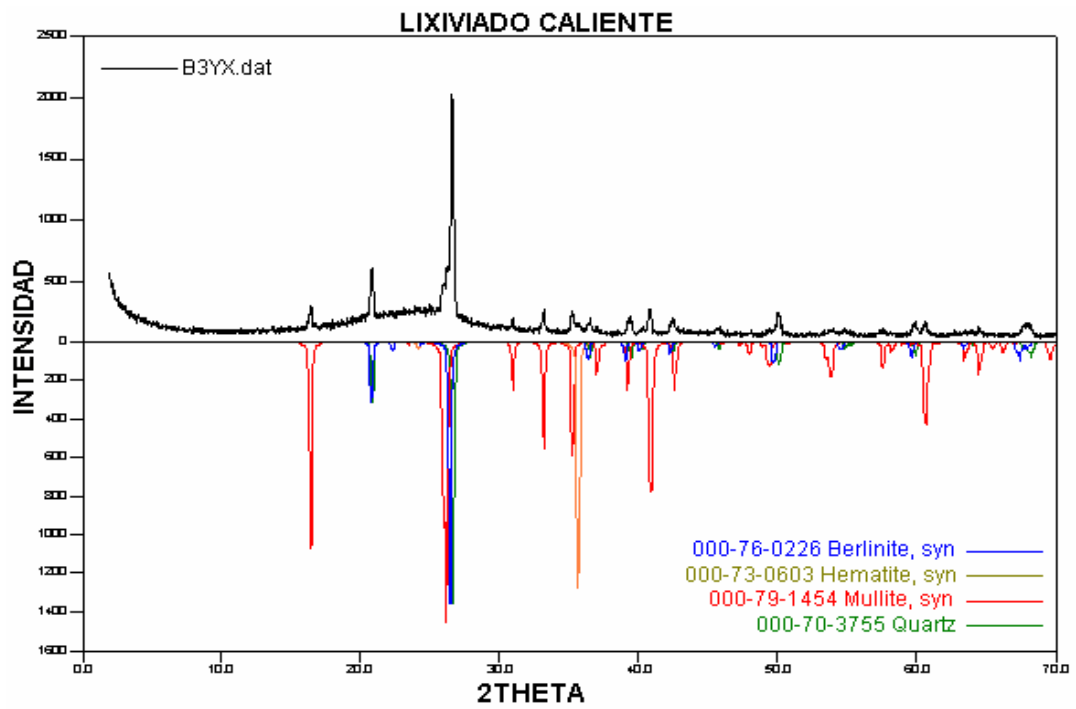
N.D. = No Detectable D.E = Desviación Estándar

Los resultados cualitativos se encuentran en las gráficas 3.7 a 3.1.2; donde se muestran los elementos presentes en la ceniza original, los elementos extraídos en la lixiviación de sistema cerrado y las zeolitas que se formaron durante la síntesis.

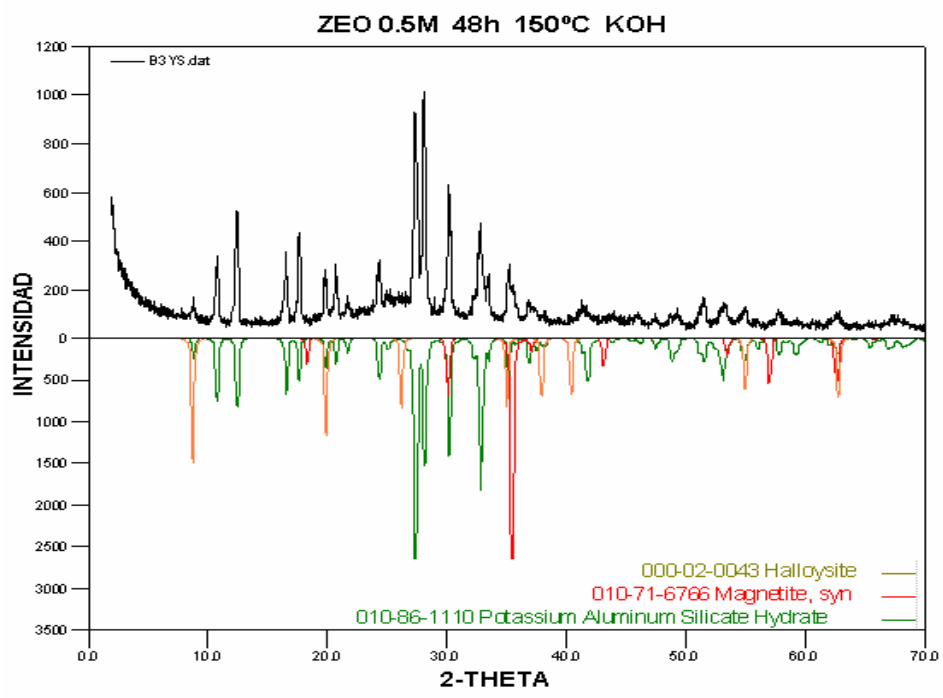
Gráfica 8. Cenizas molidas



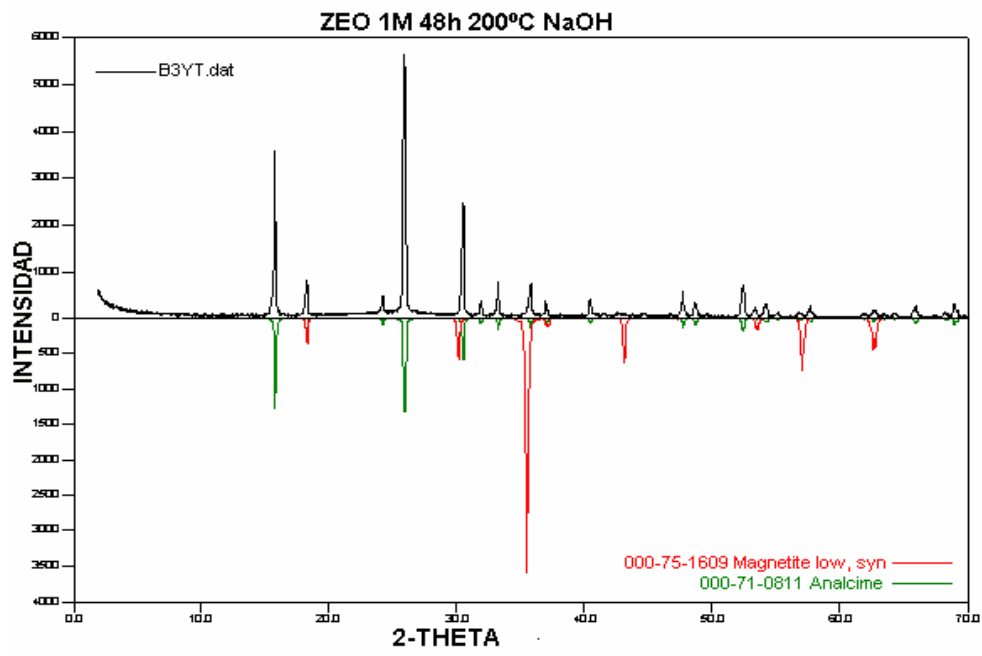
Gráfica 9. Lixiviado caliente



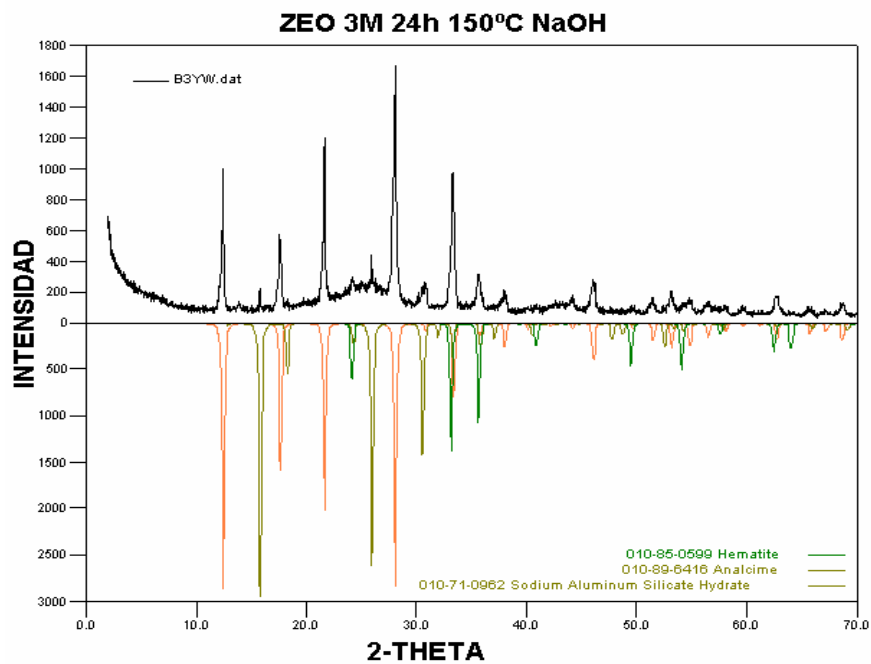
Gráfica 10. Zeolita 0.5M 48h 150°C KOH



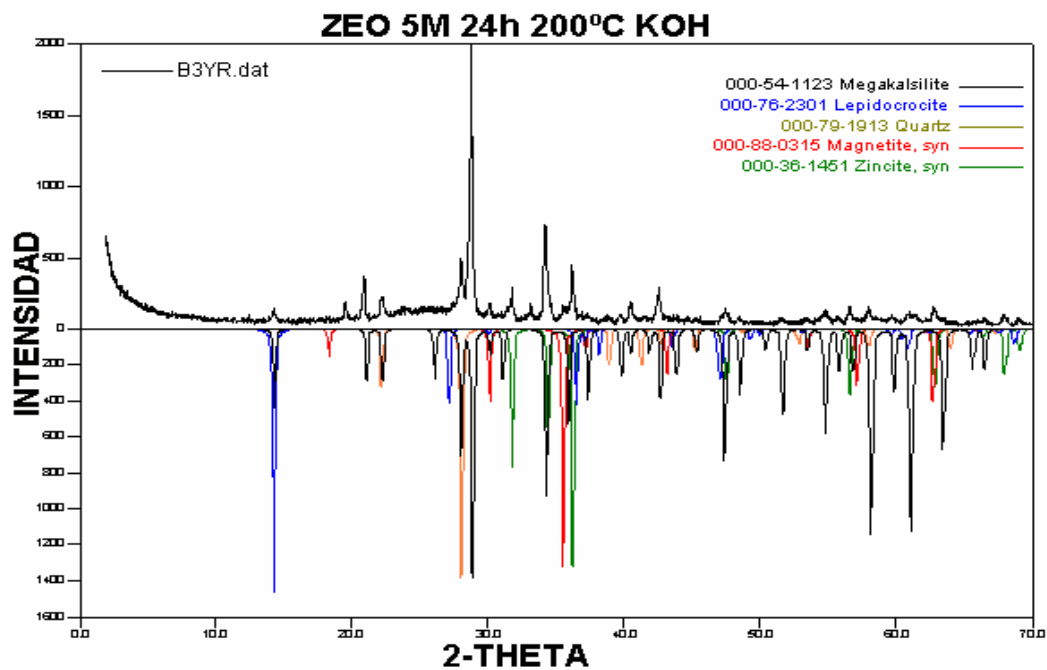
Gráfica 11. Zeolita 1M 48h 200°C NaOH



Gráfica 12. Zeolita 3M 24h 150°C NaOH



Gráfica 13. Zeolita 5M 24h 200°C KOH



3.2 INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES

3.2.1 Caracterización física. El contenido de carbón inquemado no afectó de modo significativo a la eficiencia de la síntesis de zeolitas, pero sí debió considerarse como una impureza poco reactiva. En este caso, la ceniza presentó un valor bajo de inquemados del 14%.

El intervalo de valores de densidad real y aparente fue de 1.80 – 1.83 gr/ml y 0.92 – 0.94 gr/ml respectivamente. Este intervalo es estrecho y tiene poca influencia en la aplicabilidad de la ceniza en la síntesis de zeolitas.

La distribución del tamaño de grano de la mayor parte de las partículas en la ceniza presentó una media granulométrica entre 15 y 30 μm ; esto se debió a que la ceniza está formada por una mezcla de ceniza volante y escoria.

3.2.2 Caracterización química y mineralógica. De acuerdo con lo expresado anteriormente con respecto al contenido de elementos mayoritarios en la ceniza, esta presentó un potencial medio de aplicación en la síntesis de zeolitas debido a su alto contenido de impurezas y al alto contenido de carbono.

Las principales fases presentes en la ceniza fueron mullita, cuarzo, berlinita y hematita.

3.2.3 Tratamientos de lixiviación. De acuerdo con los resultados de lixiviación en sistema abierto, la velocidad de lixiviación varió de un elemento a otro.

La extracción de impurezas mediante el incremento de la relación agua/ceniza en el sistema abierto, con el fin de aumentar el rendimiento podría limitar una posible aplicación industrial; aunque se obtuvo una mayor extracción del Ca^{+2} .

Debido a estos resultados, el sistema cerrado con calentamiento no ofreció una mayor ventaja frente al sistema a temperatura ambiente.

3.2.4 Síntesis de zeolitas. En el estudio de la ceniza para el proceso de zeolitización por conversión directa se tuvo en cuenta los siguientes tres parámetros:

El primer parámetro que se tuvo en cuenta fue que la ceniza presentará un elevado contenido en Al_2O_3 y SiO_2 , ya que el rendimiento de la conversión dependió de la fracción de Al_2O_3 y SiO_2 disponible. Para nuestro caso, la ceniza presentó un alto contenido de $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ igual al 34%.

La zeolitización por conversión directa de la ceniza se basó en la disolución de las fases solubles de Si y Al, que formaron una mezcla con la solución activante, seguido de la nucleación y cristalización de zeolitas. Por tanto, otro factor importante para obtener un elevado rendimiento de conversión fue el alto contenido en fases solubles de Si y Al. Si las fases predominantes de Si y Al son fases cristalinas tales como cuarzo y mullita, el radio de disolución será bajo y se reducirá el rendimiento de la zeolitización. Sin embargo, para nuestro caso, se pudo aumentar el rendimiento al incrementar el tiempo de reacción, la temperatura y la relación entre la solución activante/ceniza. Por tanto, el contenido de matriz vítrea en la ceniza fue uno de los parámetros básicos para los procesos de conversión directa.

El tercer parámetro y de mayor influencia en el proceso de conversión, fue la relación $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ en la ceniza. Para la síntesis de zeolitas la relación anterior fue de 2.2, la cual fue un parámetro básico para sintetizar diferentes tipos de zeolitas. Por tanto, la relación Si / Al baja favoreció la zeolitización en el proceso de conversión directa.

CONCLUSIONES

- Los elementos mayoritarios presentes en la ceniza son óxidos de Silicio y de Aluminio los cuales son fundamentales para la síntesis de zeolitas.
- Se logró la síntesis de varios tipos de zeolitas, entre los de mayor proporción fueron: magnétita, analcima y NaP1 las cuales se obtuvieron en mayor proporción con la manipulación de la temperatura y la concentración de las soluciones activantes.
- Las impurezas presentes en la ceniza actuaron como una fase no reactiva en la síntesis de los diferentes tipos de zeolitas.
- La obtención de zeolitas estuvo estrechamente vinculada con la concentración de la solución activante y la temperatura de la conversión; ya que una baja concentración de la solución activante acompañada de una baja temperatura desfavorece la síntesis.

BIBLIOGRAFÍA

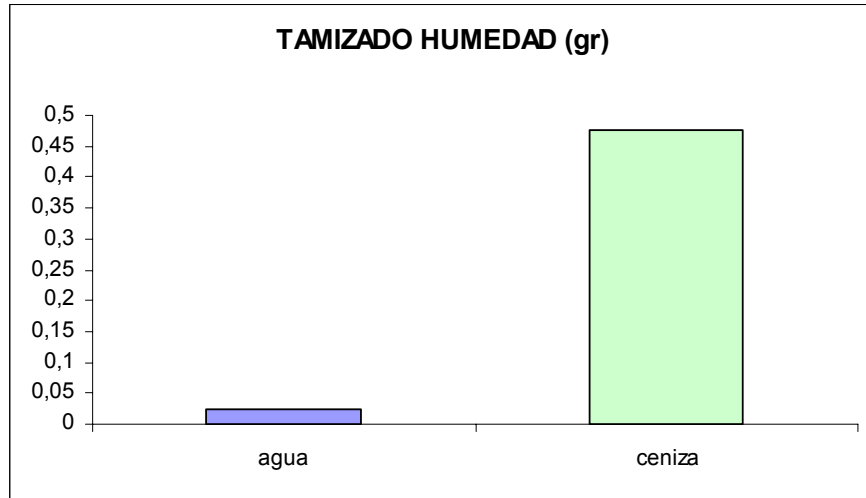
1. CHANG H.L., SHIH W.H. Conversion of Fly ash to Zeolites for Waste Materials, Ceramic Trans, vol. 61, 81-88 (1995).
2. http://www.ija.csic.es/gt/geomab/paginas/sintesi_zeolites_cast.htm
3. FLY ASH RESOURCE CENTER (2001)
4. UMAÑA J.C. Síntesis de zeolitas a partir de cenizas volantes de centrales termoeléctricas de carbón. Tesis Doctoral. Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC). Universidad Politécnica de Catalunya (UPC), 2002.
5. LÓPEZ SOLER, A. Reciclado de cenizas volantes para su aprovechamiento industrial: Síntesis de zeolitas. (CICYT), 1995-1998.
6. MURAYAMA N., YAMAMOTO H., SHIBATA J. International Journal of Mineral Processing, vol. 64, 1-17 (2002).
7. QUEROL X., MORENO N., UMAÑA J.C., ALASTUEY A., HERNÁNDEZ E. International Journal of Coal Geology, vol. 5, 413-423 (2002).
8. MOLINA A., POOLE C. Minerals Engineering, vol. 17, 167-173 (2004).
9. MORENO N. Valorización de cenizas volantes para la síntesis de zeolitas y conversión directa. Aplicaciones ambientales. Tesis Doctoral. Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC). Universidad Politécnica de Catalunya (UPC), 2002.

- 10.** GARCIA J. Síntesis y caracterización de zeolitas: aplicaciones en química ambiental y química fina. (MEC), 2000.
- 11.** SALINAS C. Desarrollo de nuevos catalizadores con alta selectividad y estabilidad. Ministerio de Ciencia y Tecnología, 2005.
- 12.** GARCIA J. Síntesis y caracterización de zeolitas y materiales compuestos zeolita/carbón. Aplicaciones para la eliminación de SO₂. Universidad de Alicante, 2000.
- 13.** GÓMEZ C. Desarrollo de tamices moleculares de carbón para la separación de mezclas de gases. Universidad de Alicante, 2000.
- 14.** HERNÁNDEZ S., JUAN R., FERRER P. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, vol. 42, Núm. 1, 33-37 (2003).
- 15.** ILLAN G, M.J. Diseño de Catalizadores para aplicaciones en procesos de descontaminación ambiental y en química fina. Universidad de Alicante, 2005.
- 16.** BERENGUER M, A. Membranas Zeolita/Carbón Materiales Nanoestructurados y Coloide: Síntesis y Aplicaciones. Universidad de Alicante, 2005.
- 17.** LINARES A., CAZORLA D. Activación de carbones con hidróxidos alcalinos: preparación, reacciones, tipo de porosidad y prestaciones. Universidad de Alicante, 2005.
- 18.** DOMÍNGUEZ S., MORRALLÓN E. Síntesis de Reactores de Membrana de Zeolita soportadas en Carbón mediante métodos electroquímicos. Universidad de Alicante, 2005.

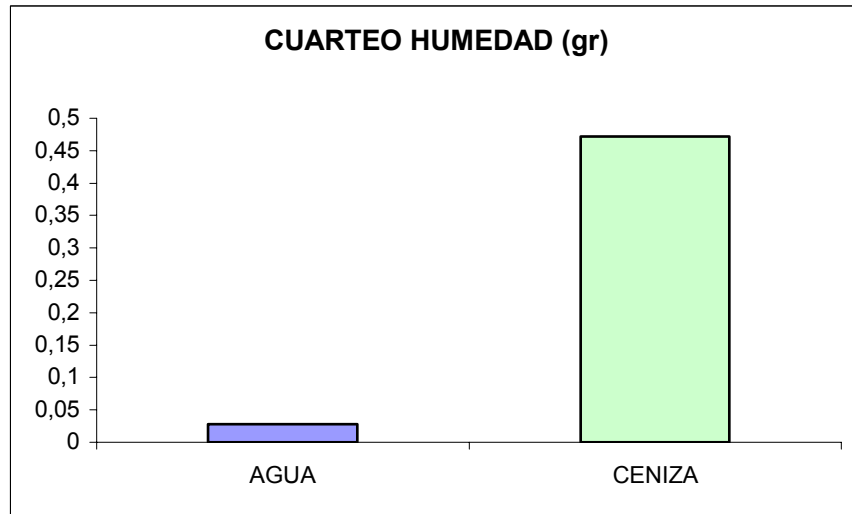
ANEXOS

ANEXO A. GRAFICAS DE HUMEDAD DE LAS MUESTRAS

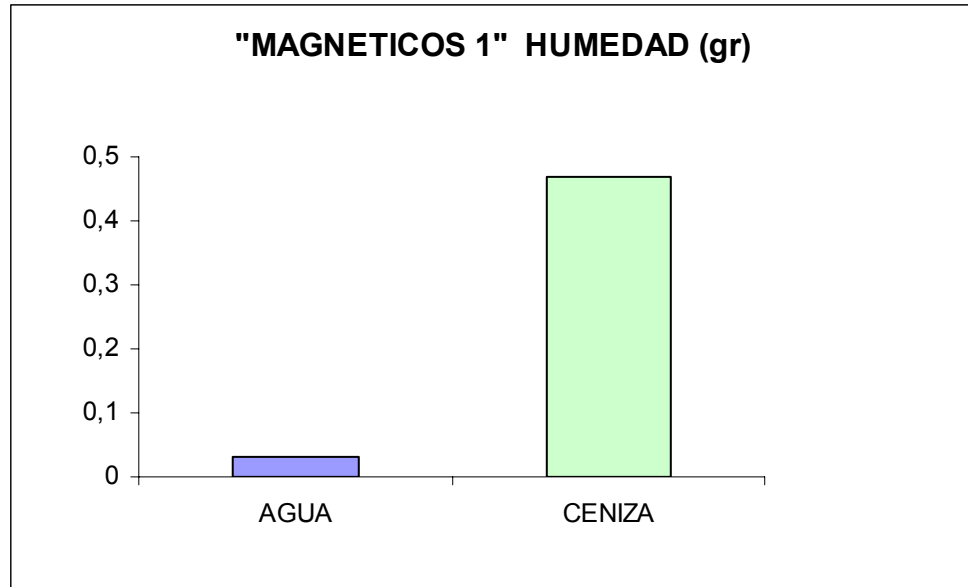
- **Humedad de la muestra de Tamizado**



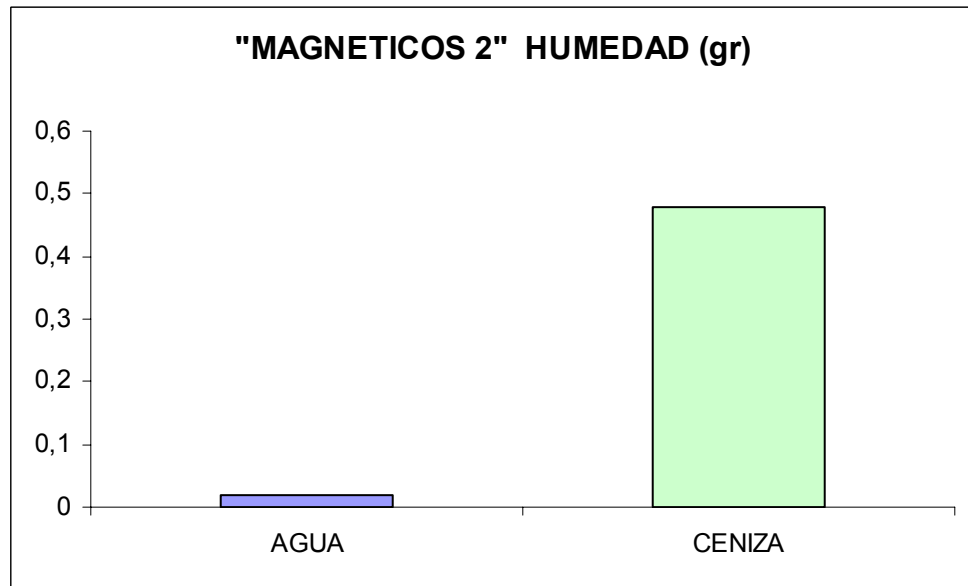
- **Humedad de la muestra de Cuarteo**



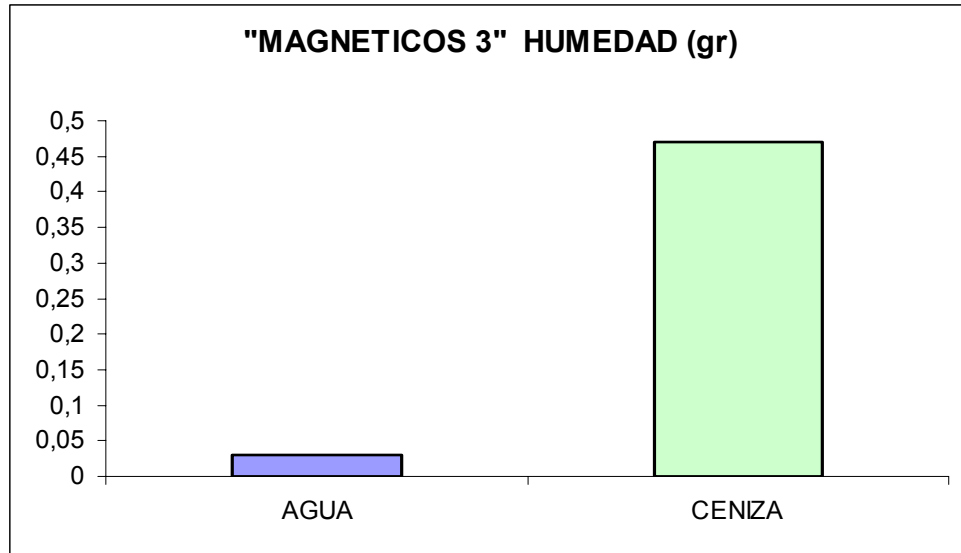
- **Humedad de la muestra de Magnéticos 1**



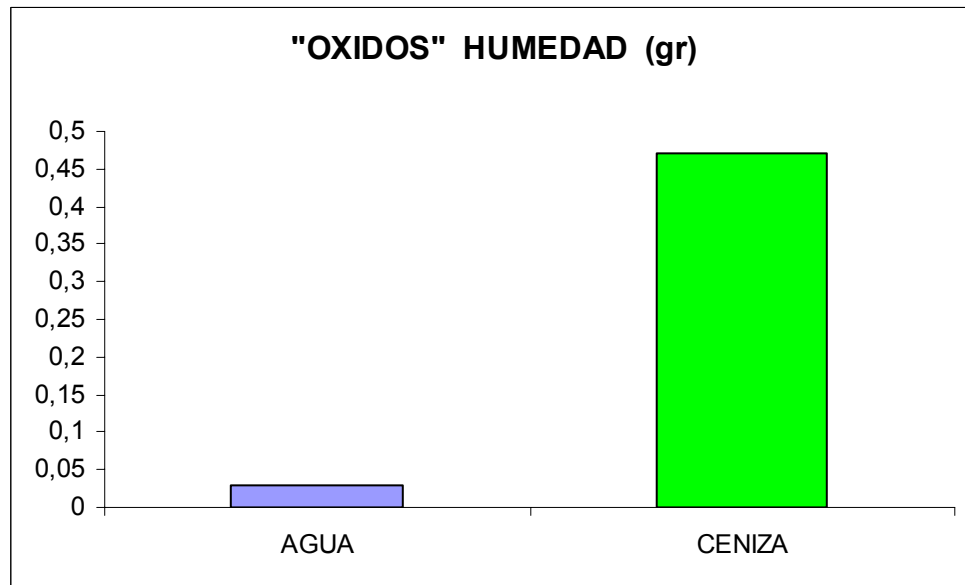
- **Humedad de la muestra de Magnéticos 2**



- **Humedad de la muestra de Magnéticos 3**

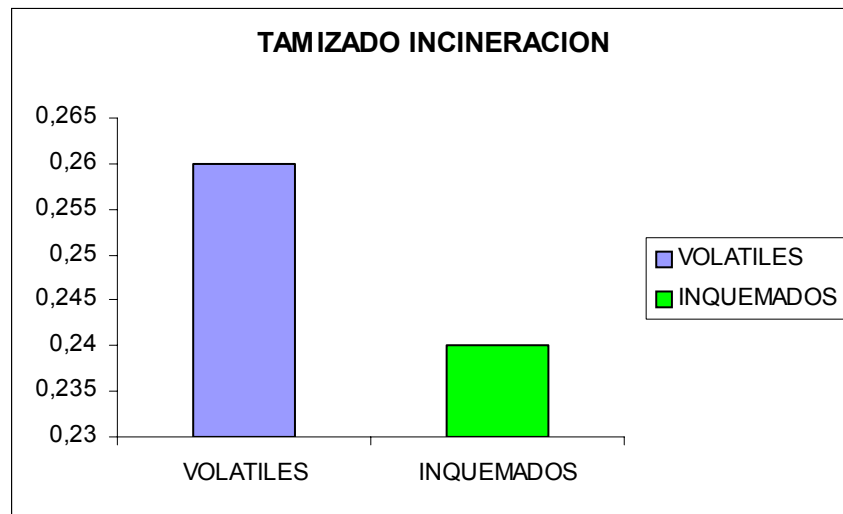


- **Humedad de la muestra de Óxidos de hierro**

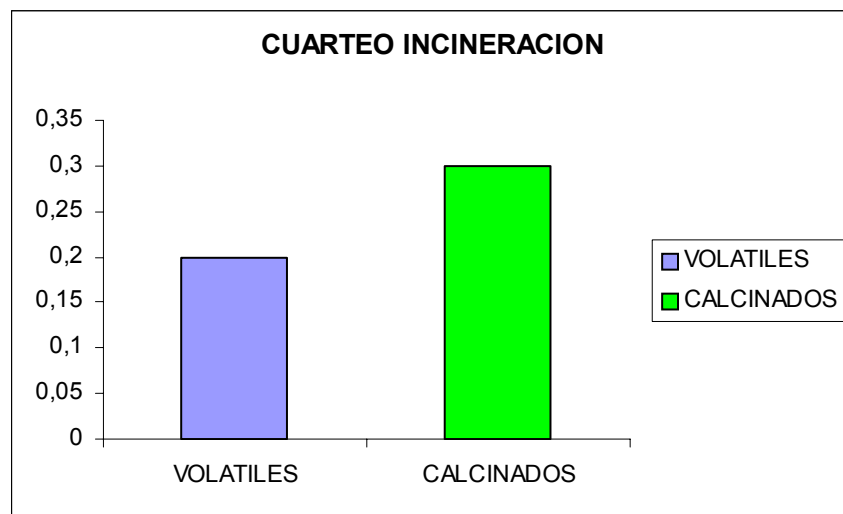


ANEXO B. GRAFICAS DE PÈRDIDAS POR INCINERACIÓN DE LAS MUESTRAS

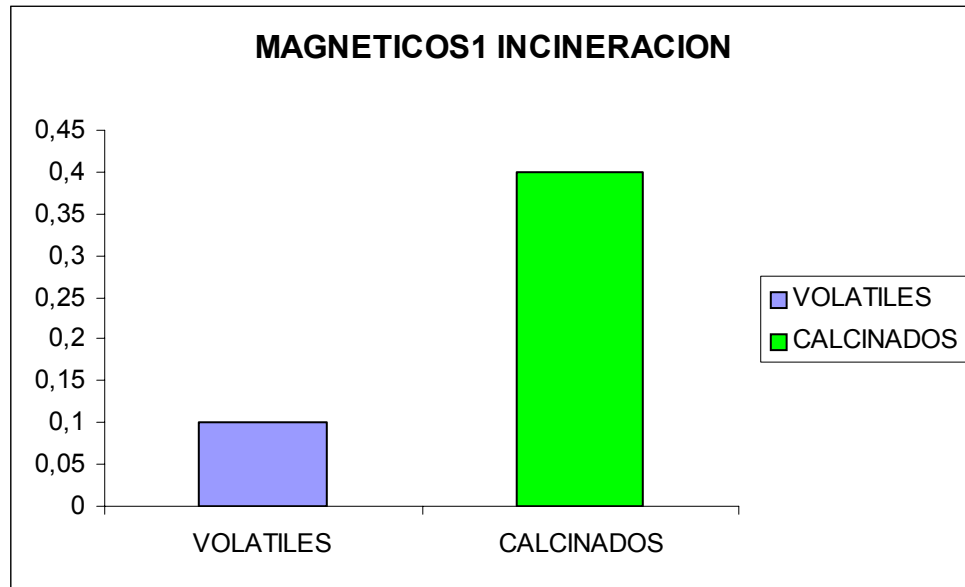
- **Perdidas por incineración de la muestra de Tamizado**



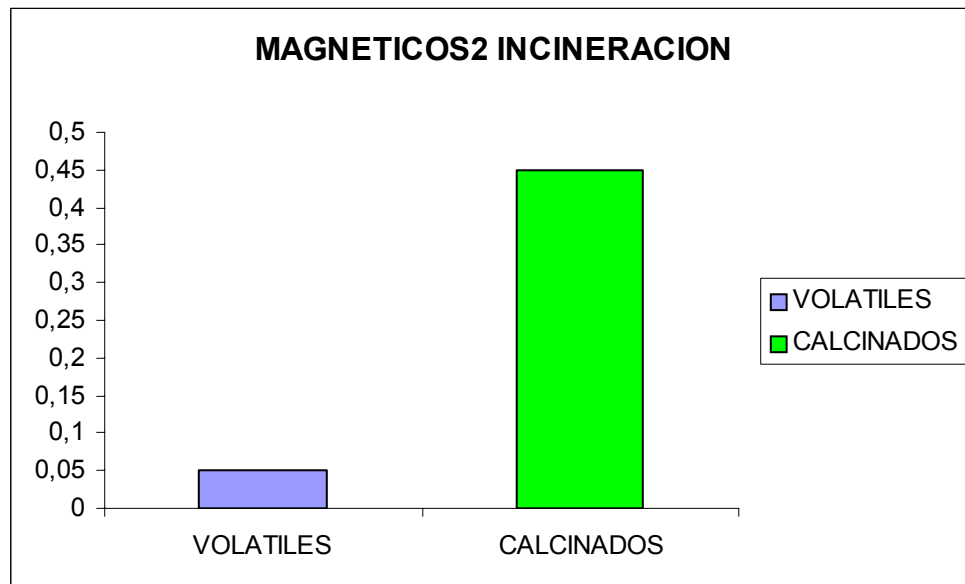
- **Perdidas por incineración de la muestra de Cuarteo**



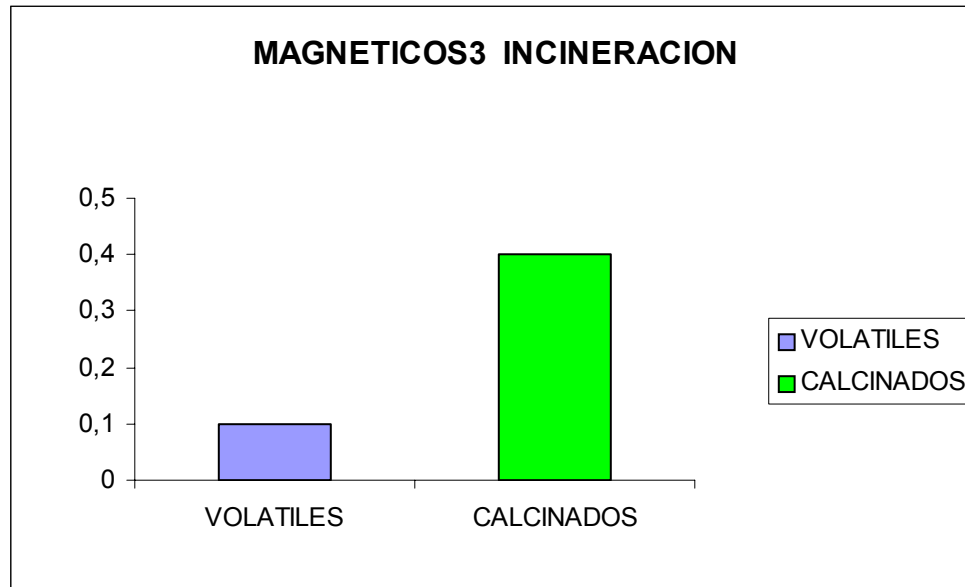
- **Perdidas por incineración de la muestra de Magnéticos**



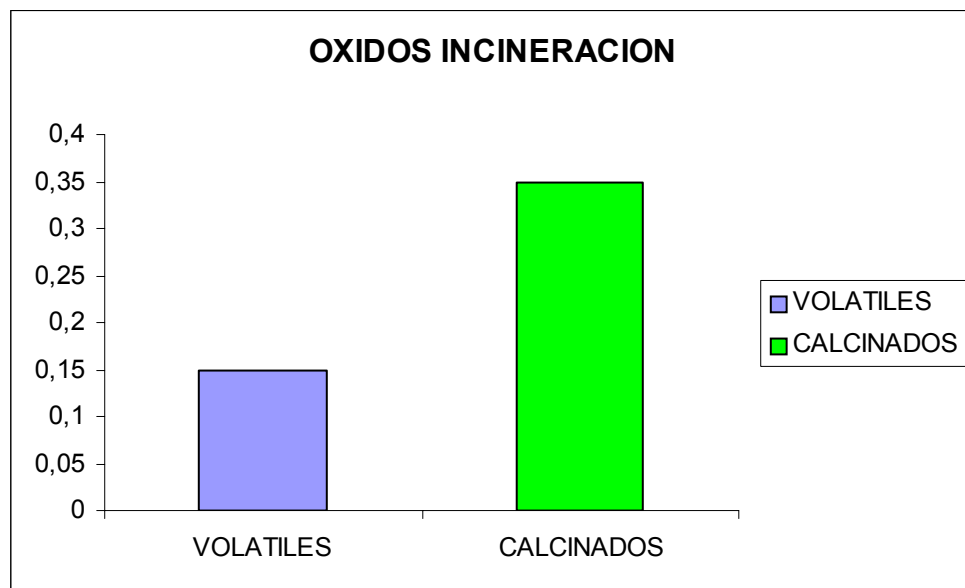
- **Perdidas por incineración de la muestra de Magnéticos 2**



- **Perdidas por incineración de la muestra de Magnéticos 3.**



- **Perdidas por incineración de la muestra de Óxidos de hierro.**



ANEXO C. TABLAS DE DATOS DEL TRATAMIENTO DE LIXIVIACION EN EL SISTEMA ABIERTO

- Datos de la Calibración de la Bomba Polistáltica**

Calibración de la bomba		
Tiempo (min.)	Volumen (ml)	Caudal (ml/min.)
13'58,95"	10	42,91
9'	10	66,67
14'12,34"	10	42,24
13'24,02"	11	49,25
6'06,78"	5	49,07
5'49,27"	5	51,53

- Datos de mediciones del tratamiento de lixiviación en el sistema abierto**

VOLUMEN (ml)	pH	Conductividad (us/cm)	VOLUMEN (ml)	pH	Conductividad (us/cm)
10	7,09	1422	260	6,61	10
280	6,72	71	270	6,4	561
560	6,61	68	280	6,14	134
850	6,71	60	290	6,39	96
1150	6,58	57	300	6,39	58
1460	6,42	51	310	6,12	61
1780	6,49	46	320	6,35	91

2110	6,66	40	330	6,64	39
2450	6,5	110	340	5,88	33
2800	6,42	28	350	6,01	24
3160	6,29	21	360	6,44	7
3530	6,55	18	370	6,11	16
3910	6,34	48	380	6,71	37
4300	6,27	16	390	6,29	163
4700	6,3	14	400	6,27	30
5110	6,25	16	410	6,21	27
5530	6,2	12	420	6,39	24
5960	6,36	14	430	6,51	20
6400	6,37	12	440	6,42	15
6850	6,19	12	450	6,36	76
7310	6,21	10	460	6,48	10
7780	6,43	11	470	6,41	7
8260	6,18	10	480	6,4	7
8750	6,42	10	490	6,39	5
9250	6,51	12	500	6,39	4

- **Datos de mediciones del tratamiento de lixiviación en el sistema abierto.**

VOLUMEN (ml)	pH	Conductividad (us/cm)	VOLUMEN (ml)	pH	Conductividad (us/cm)
510	6,37	5	770	5,89	1
520	6,39	4	780	5,94	1
530	6,43	3	790	5,91	1
540	6,05	2	800	5,88	0

550	5,86	2	810	5,88	0
560	5,87	2	820	5,96	0
570	6,09	2	830	6,23	2
580	6,09	24	840	6,21	1
590	6,25	6	850	5,91	1
600	6,15	2	860	6,19	1
610	6,39	1	870	6,07	1
620	6,08	1	880	6,24	0
630	5,77	1	890	6,02	1
640	6,06	1	900	6,02	0
650	5,98	1	910	5,87	0
660	6,2	1	920	5,9	0
670	6,21	1	930	5,99	0
680	6,13	1	940	5,98	0
690	5,96	1	950	5,97	0
700	6,13	1	960	5,65	0
710	6,13	1	970	5,59	0
720	5,79	8	980	5,43	0
730	6,02	1	990	5,84	0
740	5,88	1	1000	5,89	0
750	5,75	1	1010	5,87	0
760	5,84	1	1020	6,01	0

ANEXO D. TABLAS DE DATOS DEL TRATAMIENTO DE LIXIVIACION EN EL SISTEMA CERRADO A TEMPERATURA AMBIENTE

Tiempo (horas)	pH	Conductividad (us/cm)
1	6,43	53
2	6,55	97
3	6,15	100
4	6,67	101
5	6,71	116
6	6,49	119
7	6,4	119
8	6,48	120
9	6,49	122
10	6,61	123
11	6,42	126
12	6,46	126
13	6,43	126
14	6,35	126
15	6,43	127
16	6,56	129
17	6,52	129
18	6,33	129
19	6,44	128
20	6,44	131
21	6,47	132
22	6,44	130
23	6,4	131
24	6,47	131

ANEXO E. RESULTADOS DE LOS ELEMENTOS MAYORITARIOS DE LA CENIZA POR FLUORESCENCIA DE RAYOS-X (FRX)

Cenizas Est Ing Qca.20061004024008

Sample : Cenizas Est Ing Qca
Operator : O. Mendoza
Comment : need hole top on the cell : 6um mylar
Group : OXIDOS OLGER_0823
Date : 2006-10-04 00:42:46

Mesurement Condition


Instrument : EDX-700 Atmosphere : Vac. Collimator : 10(mm) Spin : No

Analyte	TG	kV	uA	FI Acq.(keV)	Anal.(keV)	Time(sec)	DT(%)
Ti-U	Rh 50	15	Auto	Out 0 - 40	0.0 - 40.0	Live - 99	25
Na-Sc	Rh 15	142	Auto	Out 0 - 20	0.0 - 4.4	Live - 99	26

Quantitative Result

Analyte	Result	Std.Dev.	Proc.-Calc.	Line Intensity(cps/uA)
====[No. 1 Layer]====< Layer1 >=====				
	6.000 um		Fix	
C10H8O4	100.000 %		Fix	
====[No. 2 Layer]====< Base >=====				
SiO2	61.706 %	0.152	Quan-FP SiKa	11.863
Al2O3	27.549 %	0.150	Quan-FP AlKa	2.566
Fe2O3	6.129 %	0.014	Quan-FP FeKa	130.617
K2O	1.574 %	0.012	Quan-FP K Ka	1.463
TiO2	0.946 %	0.012	Quan-FP TiKa	5.281
SO3	0.765 %	0.018	Quan-FP S Ka	0.424
CaO	0.480 %	0.007	Quan-FP CaKa	0.557
MgO	0.449 %	0.096	Quan-FP MgKa	0.011
BaO	0.147 %	0.023	Quan-FP BaLa	0.430
P2O5	0.061 %	0.023	Quan-FP P Ka	0.016
V2O5	0.051 %	0.005	Quan-FP V Ka	0.375
Na2O	0.043 %	0.663	Quan-FP NaKa	0.000
SrO	0.034 %	0.000	Quan-FP SrKa	5.831
ZrO2	0.021 %	0.000	Quan-FP ZrKa	3.964
MnO	0.012 %	0.002	Quan-FP MnKa	0.220
Rb2O	0.009 %	0.000	Quan-FP RbKa	1.485
ZnO	0.006 %	0.001	Quan-FP ZnKa	0.316
Y2O3	0.004 %	0.000	Quan-FP Y Ka	0.718
PbO	0.004 %	0.001	Quan-FP PbLb1	0.198
NiO	0.004 %	0.001	Quan-FP NiKa	0.109
As2O3	0.003 %	0.001	Quan-FP AsKa	0.254
NbO	0.002 %	0.000	Quan-FP NbKa	0.455
CO2	0.000 %		Fix	

Realizó.


M. Sc. Oger Giovanni Mendoza
Químico PQ 1555.

Laboratorio de Fluorescencia de Rayos X.
Centro de Desarrollo Productivo de Joyería

ANEXO F. NORMA D2320-87: DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD REAL Y APARENTE DE LA CENIZA



Designation: D 2320 - 87

Standard Test Method for Density (Specific Gravity) of Solid Pitch (Pycnometer Method)¹

This standard is issued under the fixed designation D 2320; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of density and specific gravity by pycnometer, and can be used for pitch that can be handled in fragments.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard.

1.3 *This standard may involve hazardous materials, operations, and equipment. This standard does not purport to address all of the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- D 70 Test Method for Specific Gravity and Density of Semi-Solid Bituminous Materials²
- D 4296 Practice for Sampling Pitch²
- E 11 Specification for Wire-Cloth Sieves for Testing Purposes³

3. Definitions

3.1 *density*—the mass per unit of volume at a standard test temperature.

3.2 *specific gravity*—the ratio of the mass of a given volume of the material at a standard test temperature to that of an equal volume of water at the same temperature.

4. Summary of Method

4.1 The sample is weighed and its volume determined by the weight of water displaced.

5. Significance and Use

5.1 Values of density and specific gravity are used for converting volumes to units of mass as required in other ASTM standards and in sales transactions.

6. Apparatus

6.1 *Glass Pycnometer*, capacity about 25 mL, with accurately fitting glass stopper with a capillary tube 1.0 to 2.0 mm in diameter.

6.2 *Water Bath*, maintained at $25.0 \pm 0.1^\circ\text{C}$ and provided with mechanical stirring.

6.3 *Vacuum Pump or Aspirator*, capable of producing a vacuum of 2.7 kPa (20 torr).

NOTE—520 torr = 20 mm Hg = 2.66 kPa.

6.4 *Manometer*, suitable for measuring the specified vacuum.

6.5 *Vacuum Desiccator with Guard*.

6.6 *Sieves*, U.S. Standard 2.36-mm (No. 8) and 600- μm (No. 30) conforming to Specification E 11.

7. Bulk Sampling

7.1 Samples from shipments shall be taken in accordance with Practice D 4296 and shall be free of foreign substances. Thoroughly mix the sample immediately before removing a representative portion for the determination or for dehydration.

8. Dehydration

8.1 All bulk samples suspected of having free moisture should be air-dried or oven-dried at 50°C in a forced-air oven before analyzing.

9. Preparation of Test Sample

9.1 Crush a 50 to 100-g representative portion of the dry pitch until all of it passes through the 2.36-mm (No. 8) sieve. Avoid grinding the pitch. Remove the fines by screening through the 600- μm (No. 30) sieve and use the pitch retained on this sieve as the test sample. If desired, small lumps of pitch may be used without grinding, in which case omit the evacuation steps described in 11.2. In case of dispute use the first mentioned method.

10. Calibration of Pycnometer

10.1 Weigh the thoroughly clean, dry, and assembled pycnometer to the nearest 0.5 mg and record the weight.

10.2 Fill the pycnometer with freshly boiled distilled water at a temperature below 25°C . Insert the stopper with a rotary motion to secure a firm seat, making sure that no air is entrapped, then completely immerse the pycnometer in the water bath at 25°C for a minimum of 30 min. Remove and wipe the filled pycnometer as described in 10.4; then immediately weigh to the nearest 0.5 mg. Remove the stopper and repeat the operations until three successive weighings check within 5 mg. Record the average weight of the pycnometer with water.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-8 on Roofing, Waterproofing, and Bituminous Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D08.17 on Industrial Pitches.

Current edition approved March 27, 1987. Published May 1987. Originally published as D 2320 - 64 T. Last previous edition D 2320 - 81.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 04.04.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.01.

11. Procedure

11.1 Place not less than 5 g of the prepared crushed or lump sample in the dry, tared pycnometer and weigh with the stopper to the nearest milligram. Record the weight. Cover the pitch to a depth of about 10 mm with freshly boiled distilled water cooled to a temperature of about 20°C. Add several drops of a stock solution of Aerosol OT containing 0.1 g/mL of solution or other wetting agent.

11.2 Place the unstoppered pycnometer in the vacuum desiccator and evacuate the air at such a rate that no sudden or violent ebullition occurs. Maintain a pressure in the desiccator of 2.7 to 3.3 kPa (20 to 25 torr), as measured by the manometer, for at least 15 min to remove all entrapped air bubbles. If air bubbles persist, add more wetting agent and continue the process until no air bubbles are visible.

11.3 Remove the pycnometer from the desiccator and fill with freshly boiled distilled water which has been cooled to about 20°C. Insert the stopper with a rotary motion to secure a firm seat, making sure that no air is entrapped. Then completely immerse the pycnometer in the water bath at 25°C for a minimum of 30 min.

11.4 After 30 min, raise the pycnometer until the top of the stopper is above the water level, then quickly and carefully wipe the water off the flat surface of the stopper with soft absorbent paper, taking care not to remove water from the capillary tube. Remove the pycnometer from the bath and dry with a clean, dry cloth or with soft, absorbent paper. Weigh immediately to the nearest 0.5 mg and record the weight.

12. Calculation

12.1 Calculate the specific gravity of the pitch as follows:

$$sp\ gr = \frac{(W_3 - W_1)}{[(W_2 - W_1) - (W_4 - W_3)]} = \frac{W}{W' - (W_4 - W_2)}$$

where:

W = weight of sample (W₃ - W₁),

W₁ = weight of pycnometer,

W₂ = weight of pycnometer filled with water at 25°C,

W₃ = weight of pycnometer with sample, and

W₄ = weight of pycnometer with sample filled with water at 25°C.

12.2 Calculate the density of the pitch as follows:

$$\text{Density} = \text{specific gravity} \times W_T$$

where:

specific gravity = calculation from 12.1, and

W_T = density of water at test temperature in desired units.

NOTE—Density of water from Handbook of Chemistry Physics, 47th Ed:

Test Temperature	Density of Water,	
	g/cm ³	kg/m ³
25°C	0.9971	997.1

13. Report

13.1 Report the specific gravity of the pitch to the third decimal place, expressed as specific gravity, 25/25°C

13.2 Report the density to the nearest third decimal place in g/cm³ and with four significant figures in kg/m³, expressed as density at 25°C.

14. Precision

14.1 The following criteria shall be used for judging the acceptability of results (95 % probability):

14.1.1 *Repeatability*—Duplicate values by the same operator shall not be considered suspect unless they differ by more than the following:

$$\begin{aligned} \text{Specific gravity: } & 0.007 \\ \text{Density: } & 0.007 \text{ g/cm}^3 \text{ or } 7.0 \text{ kg/m}^3 \end{aligned}$$

14.1.2 *Reproducibility*—The values reported by each of two laboratories, representing the arithmetic average of duplicate determinations, shall not be considered suspect unless the reported values differ by more than the following:

$$\begin{aligned} \text{Specific gravity: } & 0.001 \\ \text{Density: } & 0.011 \text{ g/cm}^3 \text{ or } 11.0 \text{ kg/m}^3 \end{aligned}$$

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.

ANEXO G. GRAFICAS DE DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO DE GRANO

- **Calibración del equipo LUMOSSED**

01.01.80



06:49:06

Company : U.I.S.
Operator : JESUS MANUEL MENDOZA

Run : PYOYECTO DE GRADO

***** SAMPLE DATA ***** LIQUID DATA *****

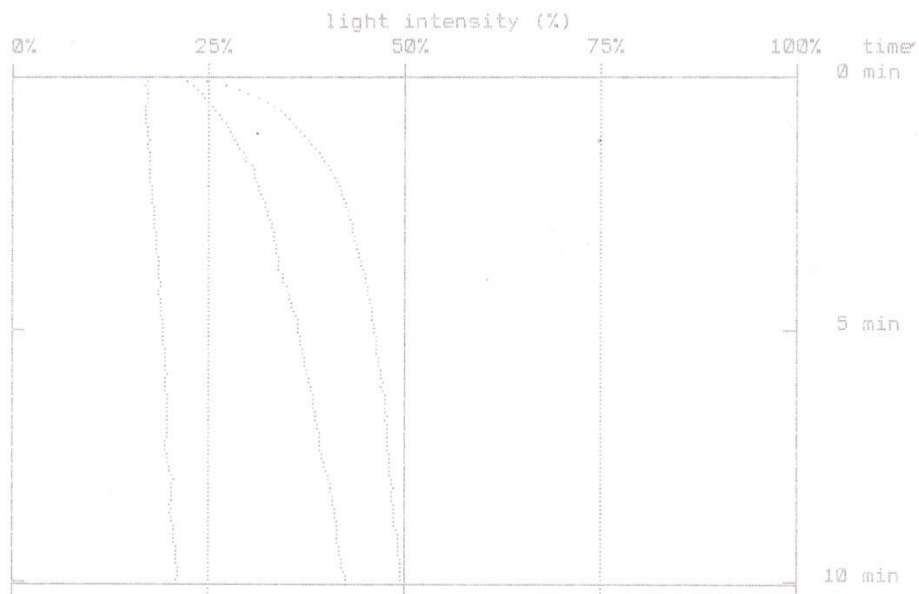
Type : CENIZA ORIGINAL
Calibration No.: 0
Density (kg/m³): 1820

Type : AGUA
Viscosity (Pa.s) : 0.00090
Density (kg/m³) : 996
Agent :

***** MEASUREMENT DATA *****

Time (3...120 min) : 10
Cut-size of sieve (um): 0
Sieve undersize (%) : 100
Particle size : 2.29 - 86.75 um
Temperature (5...40 °C) : 26

21.44 % 22.19 % 17.20 % ...initial light intensities



- **Volumen acumulado de las partículas**

01.01.80

R E T S C H - L U M S E D

07:40:52

Company : U.I.S.
Operator : JESUS MANUEL MENDOZA

Run : PYOYECTO DE GRADO

***** SAMPLE DATA *****

***** LIQUID DATA *****

Type : CENIZA ORIGINAL
Calibration No.: 0
Density (kg/m3): 1820

Type : AGUA
Viscosity (Pa.s) : 0.00090
Density (kg/m3) : 996
Agent :

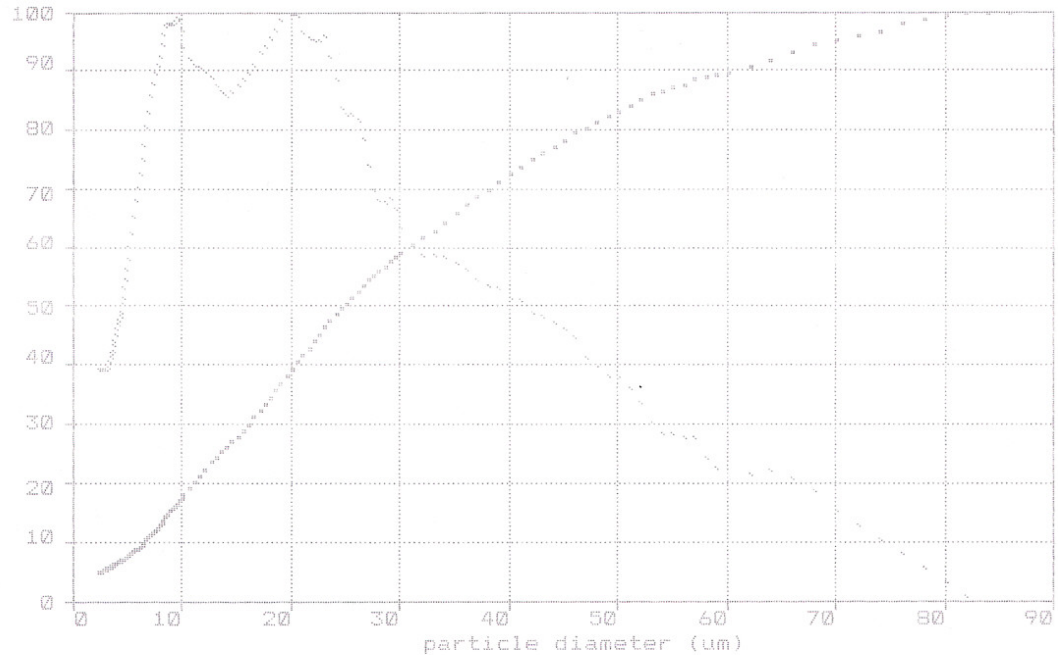
***** MEASUREMENT DATA *****

Time (3...120 min) : 10
Cut-size of sieve (um): 0
Sieve undersize (%) : 100

Particle size : 2.29 - 86.75 um
Temperature (5...40 °C) : 26

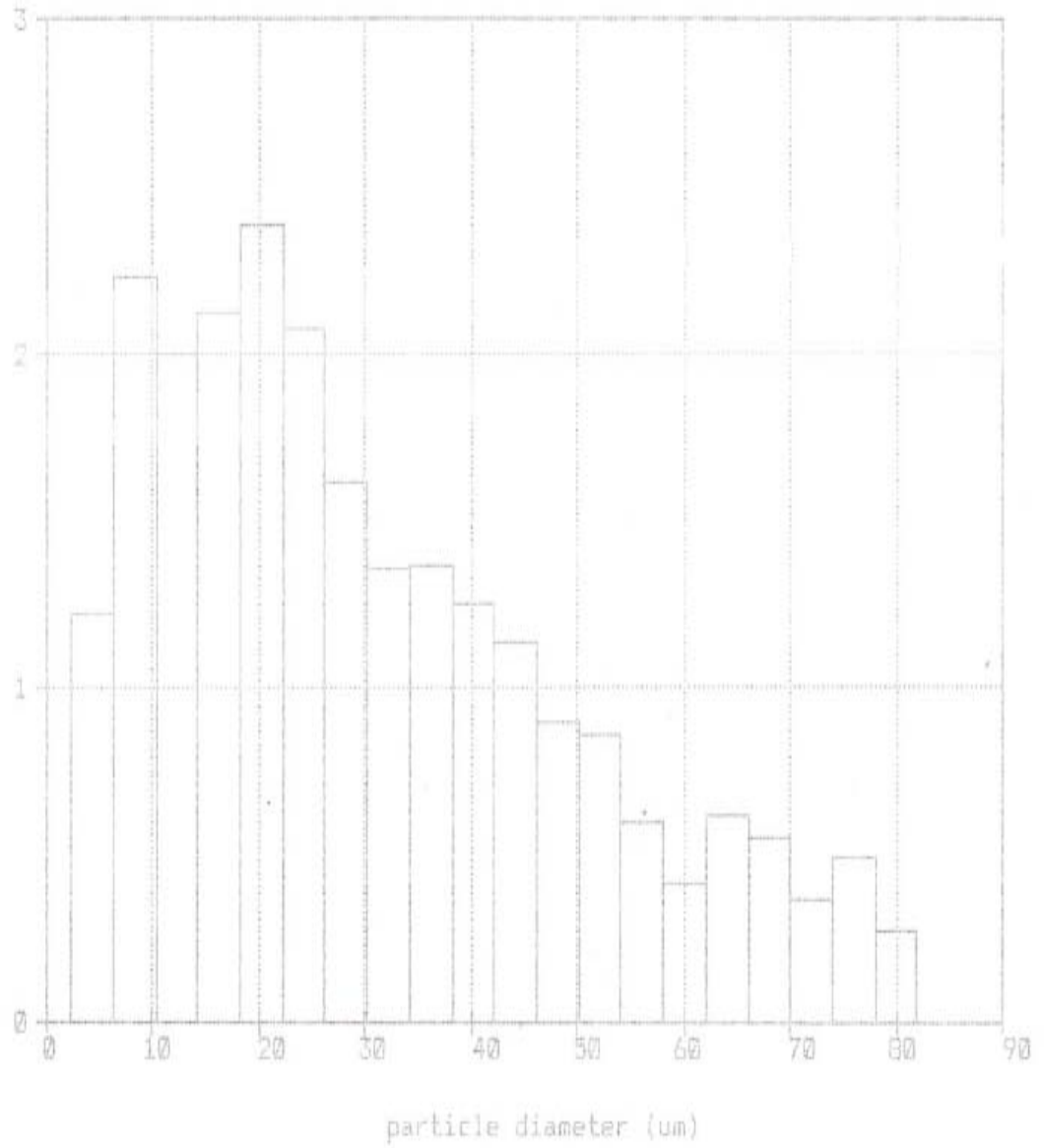
Q(%)	D(um)	Q(%)	D(um)	Q(%)	D(um)	Q(%)	D(um)
5.0	5.00	30.0	15.84	55.0	27.09	80.0	46.22
10.0	6.27	35.0	18.09	60.0	30.45	85.0	51.51
15.0	8.60	40.0	20.16	65.0	34.18	90.0	60.15
20.0	10.75	45.0	22.29	70.0	37.84	95.0	68.73
25.0	13.16	50.0	24.55	75.0	41.81	100.0	82.00

Q3 (%) cumulative volume undersize - - q/qmax qmax(%/um) = 2.3



- ANEXO G.3. Determinación del volumen de las partículas

q3 (%) volume undersize



• ANEXO G.4. Área Superficial acumulativa de las partículas

01.01.80

R E T S C H - L U M O S E D

07:40:52

Company : U.I.S.
Operator : JESUS MANUEL MENDOZA

Run : PYOYECTO DE GRADO

***** SAMPLE DATA *****

***** LIQUID DATA *****

Type : CENIZA ORIGINAL
Calibration No.: 0
Density (kg/m3): 1820

Type : AGUA
Viscosity (Pa.s) : 0.00090
Density (kg/m3) : 996
Agent :

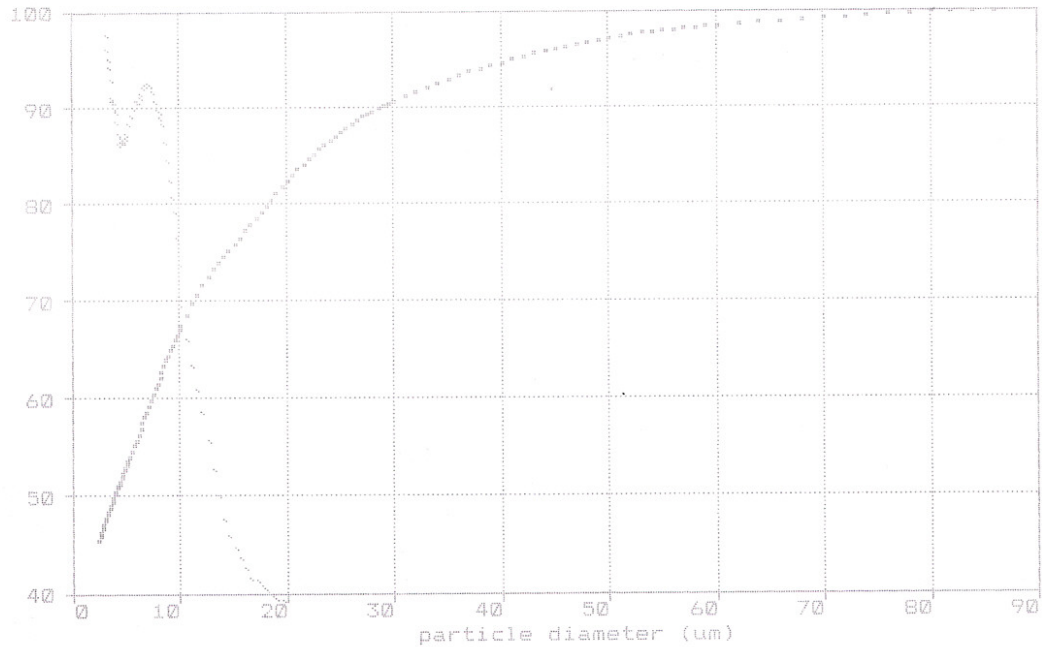
***** MEASUREMENT DATA *****

Time (3...120 min) : 10
Cut-size of sieve (um): 0
Sieve underside (%) : 100

Particle size : 2.29 - 86.75 um
Temperature (5...40 °C) : 26

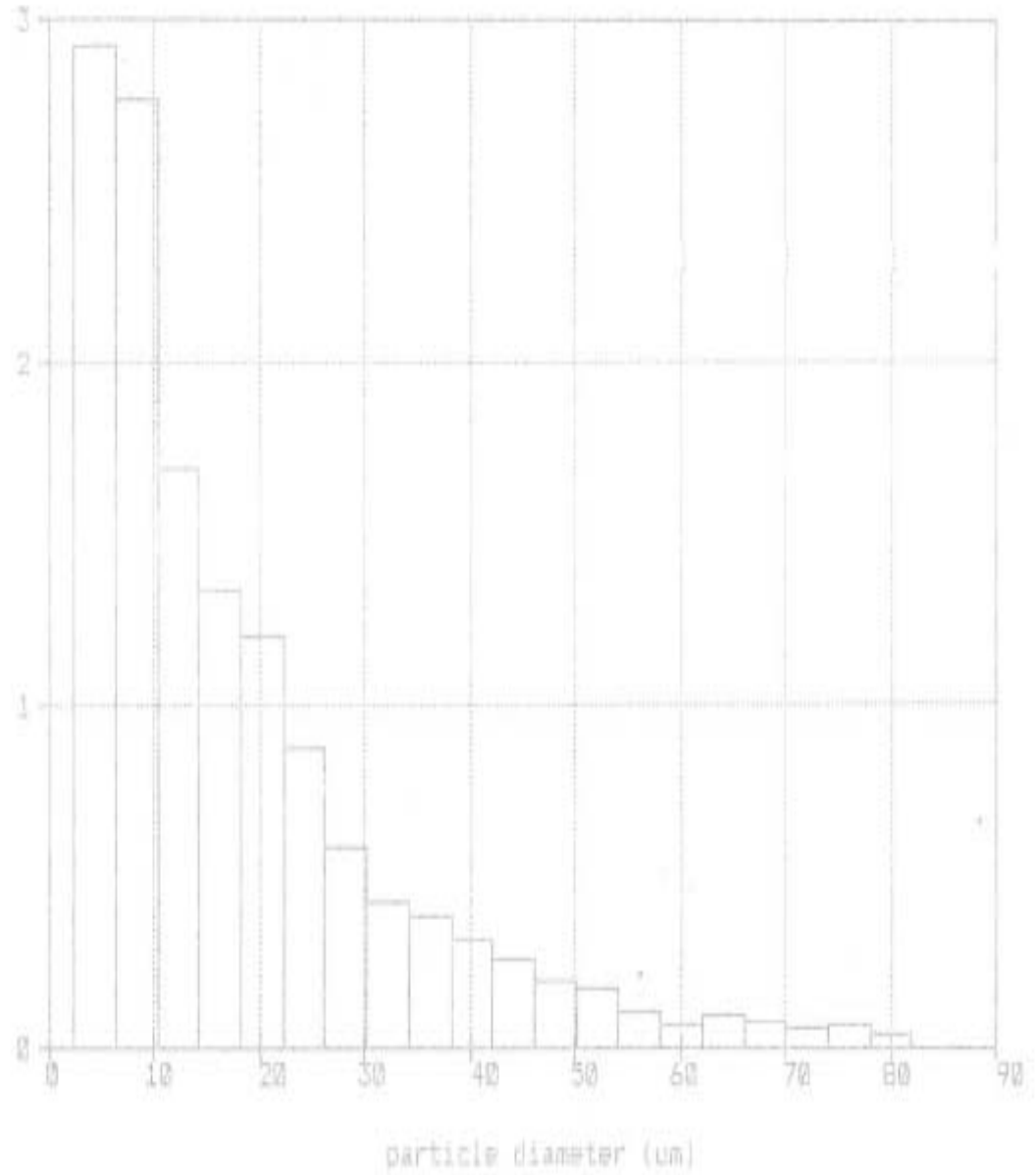
Q(%)	D(um)	Q(%)	D(um)	Q(%)	D(um)	Q(%)	D(um)
5.0 -->	30.0 -->	55.0 -->	5.48	80.0 -->	17.96
10.0 -->	35.0 -->	60.0 -->	7.19	85.0 -->	22.06
15.0 -->	40.0 -->	65.0 -->	8.94	90.0 -->	28.26
20.0 -->	45.0 -->	70.0 -->	11.04	95.0 -->	40.46
25.0 -->	50.0 -->	3.67	75.0 -->	14.21	100.0 -->	82.00

Q2 (%) cumulative surface underside - - q/qmax qmax(%/um) = 3.2



- ANEXO G.5. Determinación del área superficial de las partículas

q2 (%) surface undersize



**ANEXO H. RESULTADOS DE LAS ZEOLITAS OBTENIDAS POR EL ANÁLISIS
DE DIFRACCIÓN DE RAYOS-X (DRX)**



Laboratorio de Difracción de Rayos-X

INF-120-06

Bucaramanga, Enero 22 de 2006

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Atn: Paola Andrea Benavides

Bucaramanga, Santander

UIS/Presente

Cordial saludo:

Por medio de la presente estoy haciendo entrega del resultado de los análisis cualitativos por Difracción de Rayos-X de seis (6) muestras de "ZEOLITAS Y CENIZAS".

Atentamente,

JOSÉ ANTONIO HENAO MARTÍNEZ

Director

Laboratorio de Difracción de Rayos-X

PQ 0321

METODOLOGÍA

1. Preparación y Montaje de las muestras

Las muestras fueron pulverizadas en un mortero de ágata y llevadas a un tamaño de 38 μm (400 mesh). El espécimen seleccionado de la muestra fue montado en un portamuestra de aluminio mediante la técnica de llenado lateral.

2. Toma de datos de difracción

Se realizó en un difractómetro de polvo marca RIGAKU modelo D/MAX IIIB bajo las siguientes condiciones:

Voltaje		30(kV)
Corriente		15(mA)
Rendijas (Slits)	DS	1.0°
	RS	0.3mm
	SS	1.0°
Muestreo		0.02° 2theta
Rango de Medición		2-70° 2theta
Radiación		CuK α 1
Monocromador		Grafito

Identificación de fases

Tipo de barrido	a pasos
Velocidad de Barrido	2 segundos

Cuantificación de fases

Tipo de barrido	a pasos
Tiempo de muestreo	2 segundos

3. Análisis por Difracción de Rayos-X

Identificación de fases

El análisis cualitativo de las fases presentes en la muestra se realizó mediante comparación del perfil observado con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del Internacional Centre for Diffraction data (ICDD).

Cuantificación de fases

El análisis cuantitativo de las fases encontradas se realizó mediante el refinamiento por el Método de Rietveld del perfil observado habiéndole agregado a la muestra una cantidad conocida de un estándar interno (Aluminum oxide, - 100mesh, 99%. Corundum, α -phase. Aldrich No. 23,474-5) correspondiente al 20%.

RESULTADO

1. CENIZAS MOLIDAS (B3YU)

	FASE	No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	SiO ₂	000-89-8935	Cuarzo	11.9 % (D.E = 0.6)
	Al ₆ Si ₂ O ₁₃	000-79-1454	Mullita	14.5 % (D.E = 0.7)
	Al P O ₄	000-76-0226	Berlinita	2.5 % (D.E = 0.7)
	Fe ₂ O ₃	000-73-0603	Hematita	0.8 % (D.E = 0.1)
	Amorfos			70.3 %

2. LIXIVIADO CALIENTE 95° (B3YX)

FASE		No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	SiO ₂	000-70- 3755	Cuarzo	11.5 % (D.E = 0.8)
	Al ₆ Si ₂ O ₁₃	000-79- 1454	Mullita	14.9 % (D.E = 0.6)
	Al P O ₄	000-76- 0226	Berlinita	2.9 % (D.E = 0.8)
	Fe ₂ O ₃	000-73- 0603	Hematita	1.0 % (D.E = 0.1)
	Amorfos			69.7 %

3. ZEO 0.5M 48h 150°C KOH (B3YS)

FASE		No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	$K_{10-32} (Si_{21.7} Al_{10.3} O_{64}) (H_2O)_{24-32}$	010-86-1110	Zeolita W	40.9 % (D.E = 0.6)
	$Fe_3 O_4$	010-71-6766	Magnetita	N.D.
	$Al_2 O_3 \cdot 2 Si O_2$	000-02-0043	Haloisita	4.9 % (D.E = 0.3)
	Amorfos			54.2 %

4. ZEO 1M 48h 200°C NaOH (B3YT)

FASE		No. TARJETA A PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	$Na (Al Si_2 O_6) (H_2O)$	000-71-0811	Analcima	65.4 % (D.E = 0.4)
	$Fe_3 O_4$	000-75-1609	Magnetita	1.2 % (D.E = 0.1)
	Amorfos			33.4 %

5. ZEO 3M 24h 150°C NaOH (B3YW)

FASE		No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	$\text{Na}_6 \text{Al}_6 \text{Si}_{10} \text{O}_{32} (\text{H}_2\text{O})_{12}$	010-71-0962	Zeolita P1	26.8 % (D.E = 0.7)
	$\text{Fe}_2 \text{O}_3$	010-85-0599	Hematita	1.1 % (D.E = 0.1)
	$\text{Na} (\text{Al Si}_2 \text{O}_6) (\text{H}_2\text{O})$	010-89-6416	Analcima	1.0 % (D.E = 0.1)
	Amorfos			71.1 %

6. ZEO 5M 24h 200°C KOH (B3YR)

FASE		No. TARJETA PDF-2	NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	$\text{Fe}_3 \text{O}_4$	000-75-1609	Magnetita	N.D.
	SiO_2	000-70-3755	Cuarzo	N.D.
	Zn O	00036-1451	Zincita	2.3 % (D.E = 0.1)
	K Al Si O_4	000-54-1123	Magakalsilita	64.7 % (D.E = 0.4)
	Fe O OH	000-76-2301	Lepidocrocita	N.D.
	Amorfos			33.0 %

N.D. = No Detectable D.E = Desviación Estándar

