

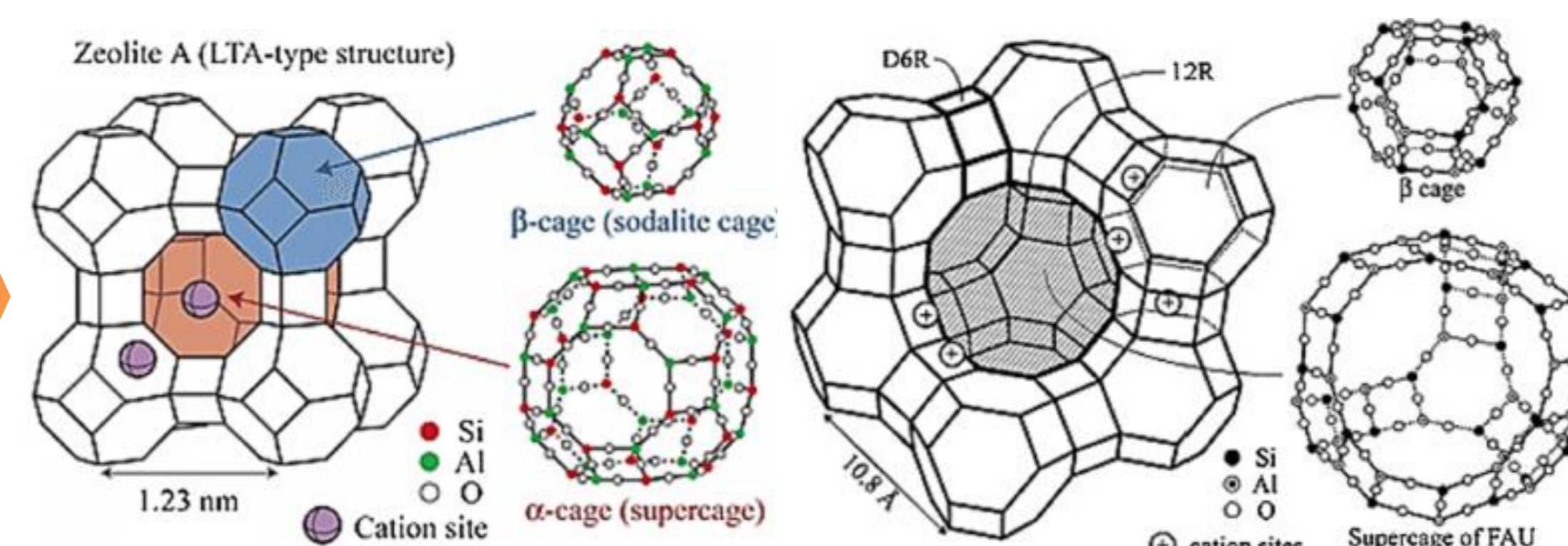
SÍNTESIS DE ZEOLITAS A PARTIR DE DIATOMITAS RESIDUALES DE OPERACIONES DE FILTRACIÓN INDUSTRIAL

Paola MASSA*, Vanesa FUCHS, Patricia HAURE, Laura FASCE

Fabricación de Bebidas (Cervecerías artesanales)

Lodos residuales de filtración (Tierras de diatomeas)

¿Síntesis de ZEOLITAS?



PLANTEO >>>>

Las zeolitas son aluminosilicatos cristalinos microporosos con gran variedad de aplicaciones (intercambio iónico, catálisis, etc). Pueden sintetizarse a partir de precursores que aporten silicatos y aluminatos para dar lugar a las redes tridimensionales características de las distintas zeolitas. La industria de bebidas consumibles, especialmente la cervecera, desecha un gran volumen de diatomitas (tierras de diatomeas) en las operaciones de filtrado, conteniendo un alto contenido de SiO₂ y también Al₂O₃. Dada la disponibilidad de este residuo, y el impacto que tendría su valorización, **se propone sintetizar zeolitas a partir diatomitas residuales**. Si bien se ha reportado el uso de diatomitas naturales como precursores, no se encontraron antecedentes que empleen diatomitas industriales residuales en la síntesis de diversos tipos de zeolitas.

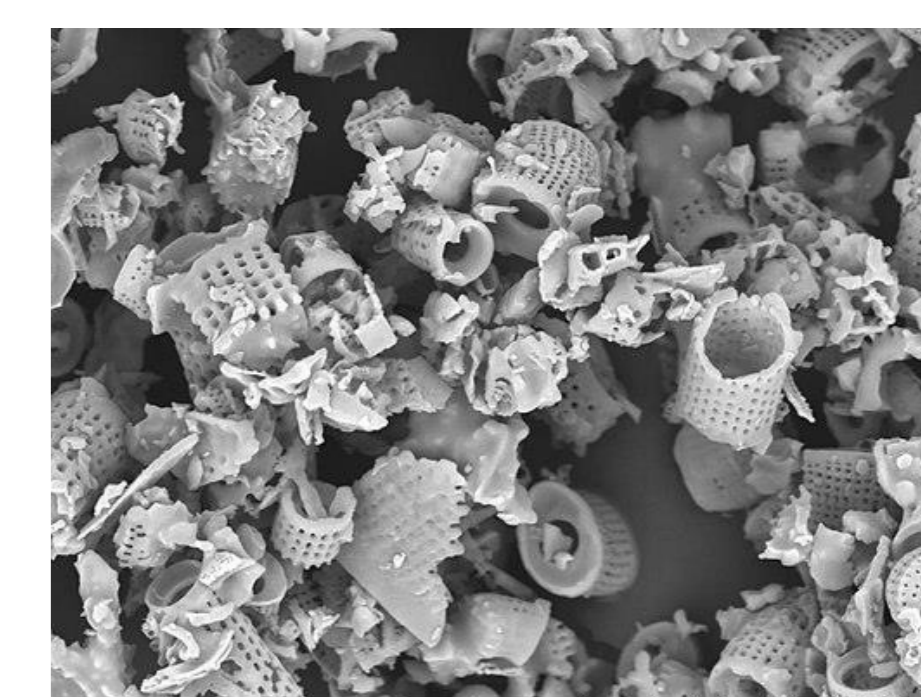


Imagen SEM - Diatomita natural

LODO RESIDUAL

El residuo fue provisto por la empresa Milton S.A., consistiendo en lodos de la operación de filtración/clarificación de cerveza. **Contenido:** 14% de materia seca; 35% de materia orgánica (restos de granos y levaduras).

ACONDICIONAMIENTO

- **SECADO:** en estufa, a 80-100 °C, 6-24 h (para eliminar humedad → conservación)
- **CALCINACIÓN:** en mufla, a 500-550 °C (aire), 2-5 h (para eliminar materia orgánica)



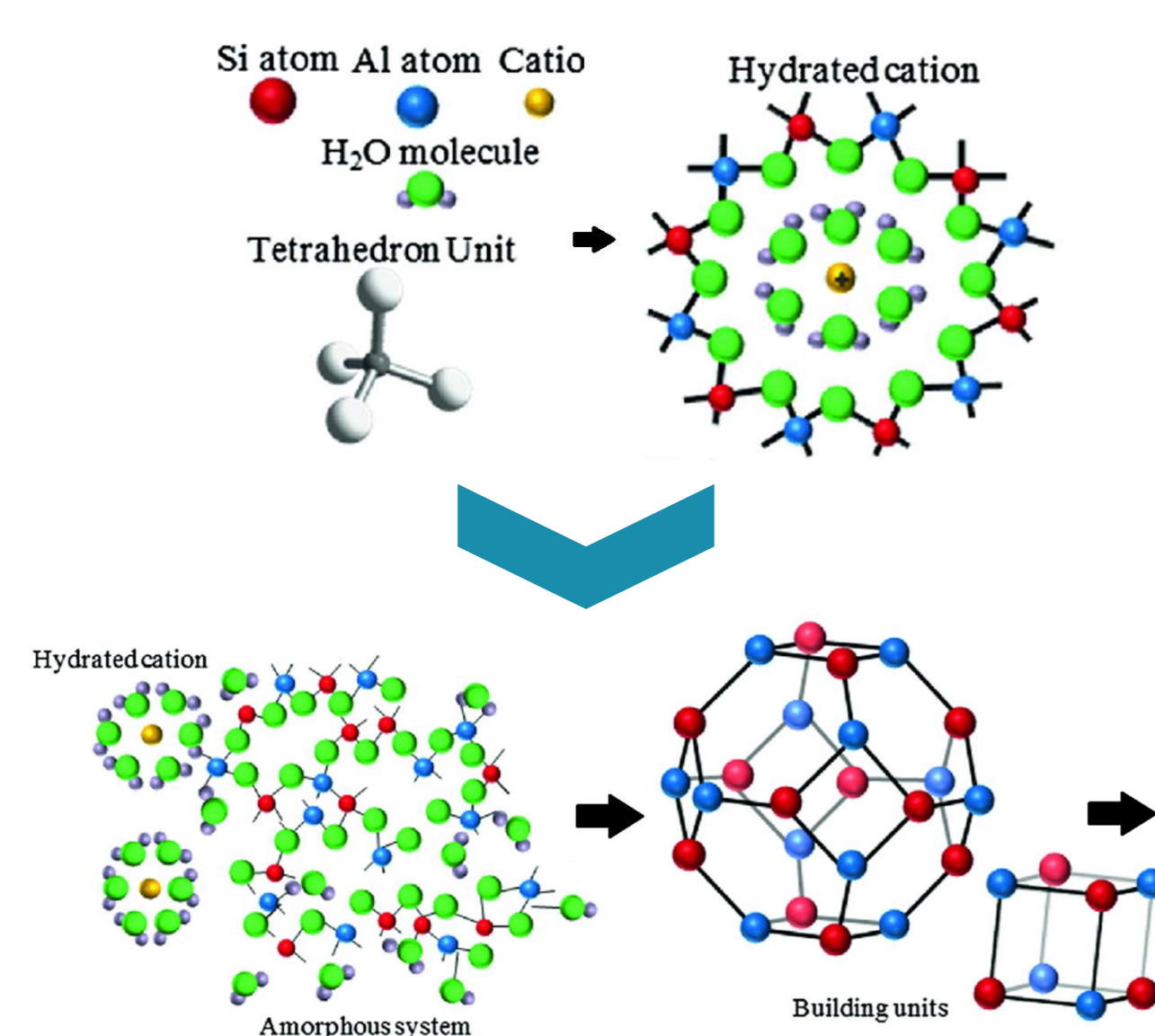
DT
DIATOMITAS TRATADAS

<<<< RESULTADOS

Se ensayaron diversas estrategias de acondicionamiento térmico de los lodos. El material tratado (DT) se caracterizó por microscopía óptica, TGA, XRD, XRF. Se determinó la presencia de SiO₂ cristalina, con baja proporción molar de alúmina. La DT se trató en medio alcalino, con agitación y a distintas temperaturas. Sobre la solución, se agregó una sal de Al(III) para dar lugar al proceso de gelación, maduración y cristalización (zeolitización). Esta última etapa se realizó en estufa a 100 °C. Luego del proceso hidrotérmico, el sólido se lavó hasta pH<9, se filtró y se secó a 100 °C.

ACTIVACIÓN DE "DT"

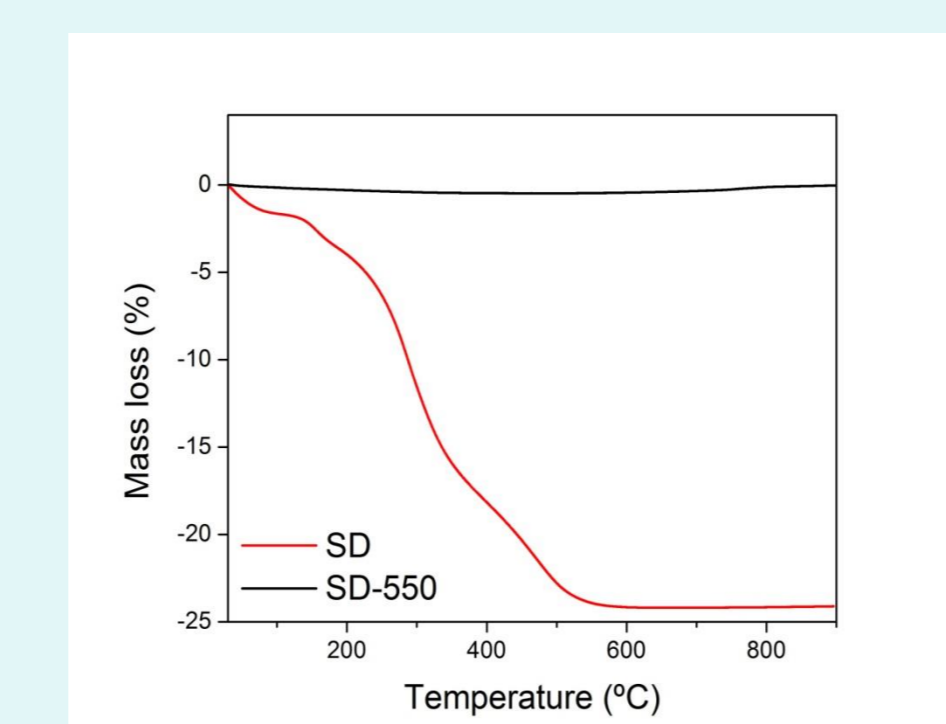
Se hicieron pruebas de disolución/activación alcalina, utilizando NaOH 2M, con agitación, a temperatura (25-90 °C), con y sin sonicación.



CARACTERIZACIÓN DE "DT"

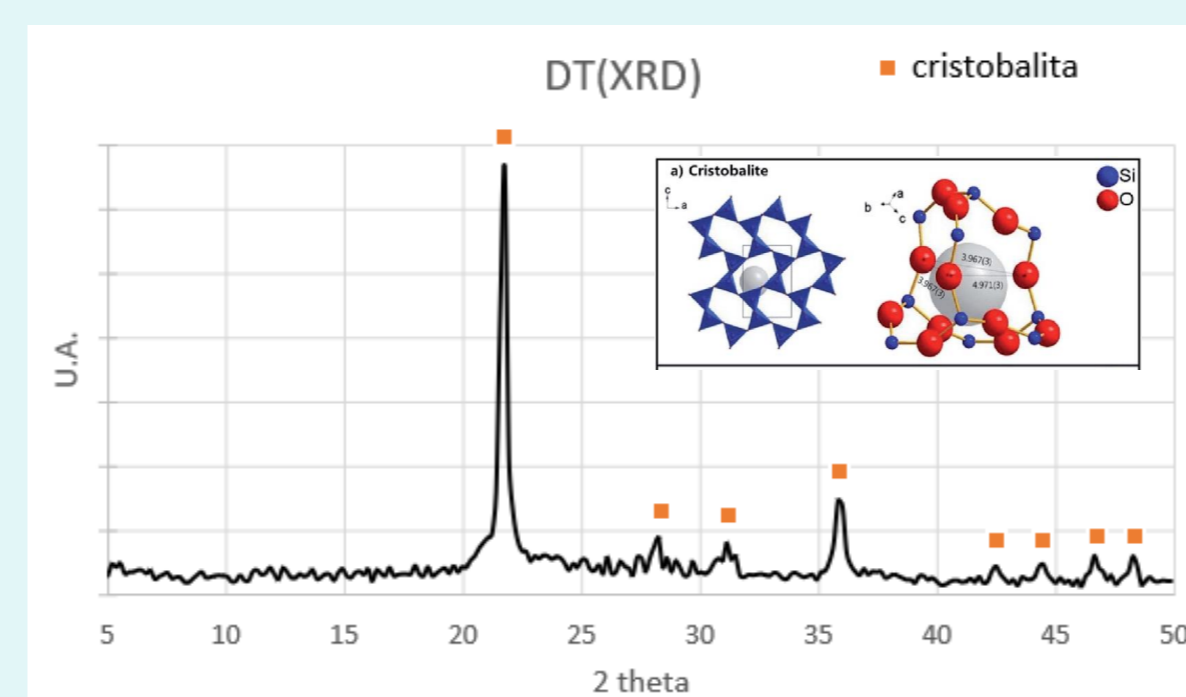
> TGA

(Análisis termogravimétrico)
Para DT (línea negra) no se registraron eventos de degradación (a diferencia del material sin calcinar – línea roja)



> XRD (Difracción de Rayos X)

Predomina la fase cristalina cristobalita (SiO₂). Un patrón similar se obtuvo para el material filtrante sin uso, provisto por la cervecería (Celite HyFlo)



> XRF

(Fluorescencia de Rayos X)
SiO₂: 90,8%
Al₂O₃: 4,9%
Fe₂O₃: 2,36%
(K₂O, CaO <1%)

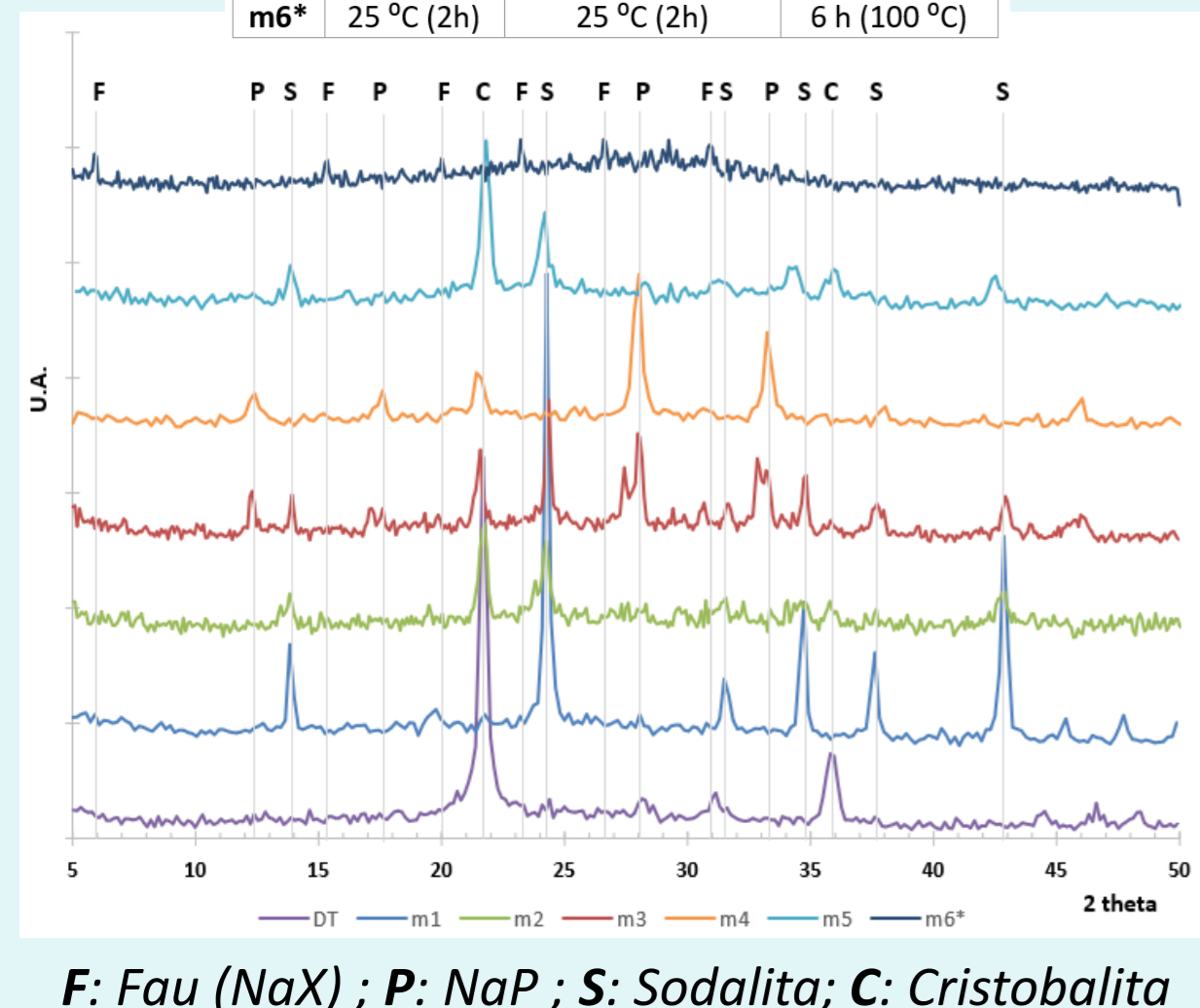
SÍNTESIS DE ZEOLITAS

En base al alto contenido silíceo de las DT (SiO₂/Al₂O₃=31.5), se ensayaron síntesis hidrotérmicas con agregado de sulfato de aluminio (hasta alcanzar proporción SiO₂/Al₂O₃=11), con alcalinidad controlada (Na₂O/SiO₂=0.9; Na₂O/H₂O=40). La síntesis se realizó en estufa usando sistemas abiertos y también un reactor autoclave a presión autógena. Además de las temperaturas de activación (25-90 °C), se probaron distintos tiempos de cristalización (6-18 h).

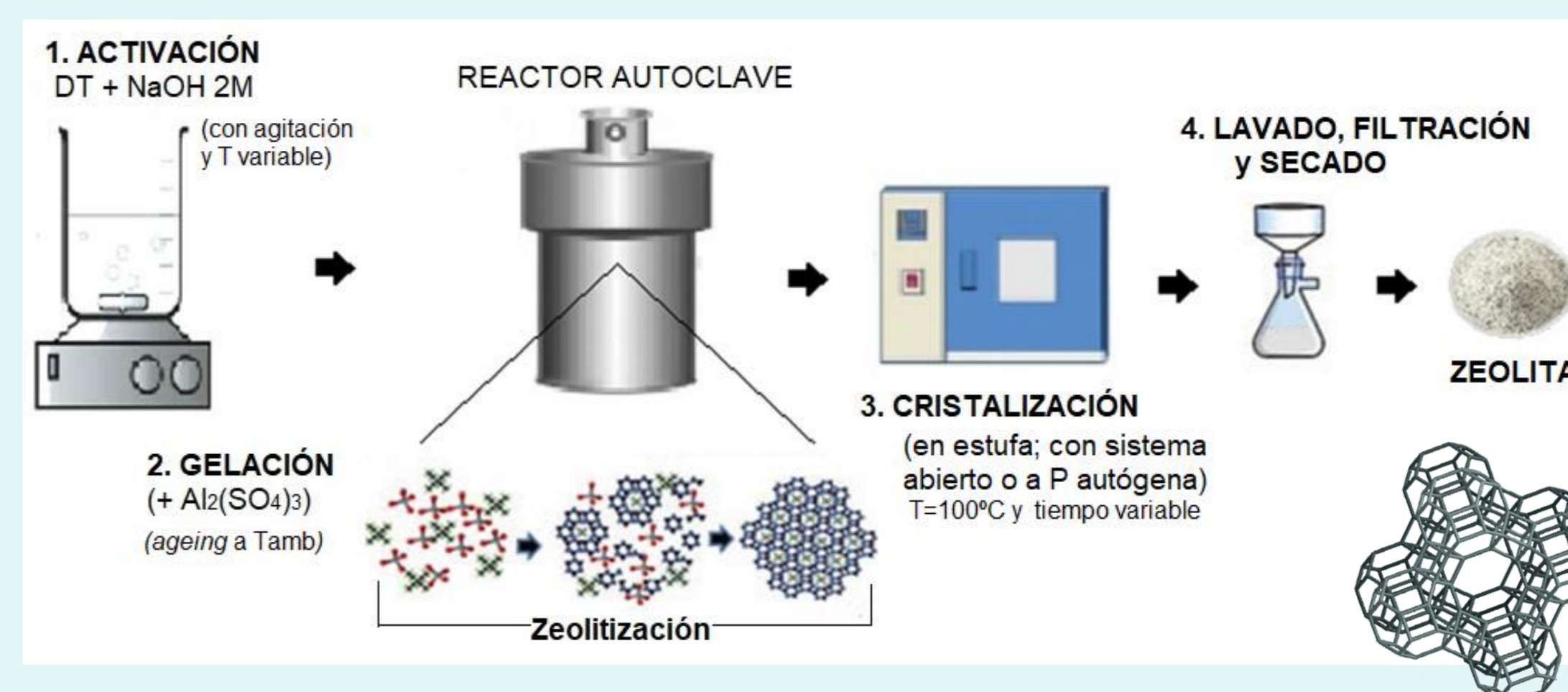
CARACTERIZACIÓN DE ZEOLITAS

> **XRD.** En los materiales obtenidos se identificaron zeolitas tipo sodalita, NaP (gismondina) y NaX (faujasita). Se presentan algunos resultados obtenidos en sistemas abiertos (m1-m3) y en un reactor autoclave (m4-m6*). Para las muestras m1 y m6* no se registró fase cristobalita residual.

#	Activación	Gelación(aging)	Cristalización
m1	80 °C (2h)	25 °C (2h)	18 h (100 °C)
m2	80 °C (2h)	25 °C (2h)	6 h (100 °C)
m3	25 °C (2h)	25 °C (2h)	18 h (100 °C)
m4	90 °C (2h)	25 °C (2h)	6 h (100 °C)
m5	80 °C (2h)	25 °C (2h)	6 h (100 °C)
m6*	25 °C (2h)	25 °C (2h)	6 h (100 °C)



F: Fau (NaX); P: NaP; S: Sodalita; C: Cristobalita



CONCLUSIONES >>>>

Se sintetizaron mezclas de zeolitas conteniendo **zeolitas tipo gismondina y sodalita** a partir de un residuo de filtrado de cerveza. Para la muestra m6* se utilizó como precursor otro clarificante industrial (más soluble), y pudo obtenerse **faujasita (NaX)**. Los resultados que se reportan son preliminares, aunque se consideran alentadores. Se continúa trabajando en optimizar el procedimiento global de síntesis, especialmente para obtener faujasitas (SiO₂/Al₂O₃≈2-15) con alta pureza y rendimiento. -

